

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**DELINEAMENTO DE EXPERIMENTOS UTILIZANDO AS TÉCNICAS DE
TAGUCHI PARA FORMULAÇÃO DE MASSA CERÂMICA**

**DISSERTAÇÃO SUBMETIDA À UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA
CATARINA PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM
ENGENHARIA MECÂNICA**

ADRIANO MICHAEL BERNARDIN

FLORIANÓPOLIS, DEZEMBRO DE 1994.

**DELINEAMENTO DE EXPERIMENTOS UTILIZANDO AS TÉCNICAS DE
TAGUCHI PARA FORMULAÇÃO DE MASSA CERÂMICA**

**ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA OBTENÇÃO
DO TÍTULO DE**

MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA

**ESPECIALIDADE ENGENHARIA MECÂNICA, ÁREA DE
CONCENTRAÇÃO FABRICAÇÃO MECÂNICA, APROVADA EM SUA
FORMA FINAL PELO CURSO DE ENGENHARIA MECÂNICA**



Prof. Dr. Eng. Orestes Estevam Alarcon - Orientador

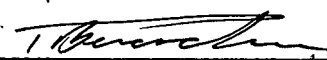


Prof. Dr. Eng. Antônio Fábio Carvalho da Silva - Coordenador

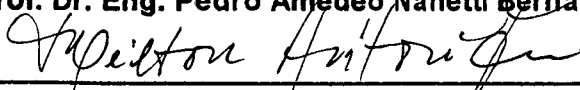
BANCA EXAMINADORA :



Prof. Dr. Eng. Orestes Estevam Alarcon - Orientador



Prof. Dr. Eng. Pedro Amedeo Nanetti Bernardini



Prof. Dr. Eng. Milton Antônio Zaro - UFRGS

aos meus pais
Antonio Selso e Viria Alice

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Orestes Estevam Alarcon, pela orientação na execução desta dissertação.

Aos Prof. Pedro Amedeo Nanetti Bernardini e Milton Antônio Zaro, pela amizade e sugestões no decorrer dos ensaios.

Ao técnico Jorge Pacheco da Cerâmica PORTINARI/CECRISA, pelo grande apoio prestado na realização dos ensaios.

Agradeço à Cerâmica PORTINARI, grupo CECRISA, pela utilização dos laboratórios e de toda infra-estrutura industrial.

Agradeço à CAPES, pelo apoio financeiro concedido através da bolsa de estudos.

Agradeço a todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho, em particular aos colegas do LABMAT/EMC - UFSC.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS	01
2. CONCEITOS BÁSICOS E DEFINIÇÕES EM CERÂMICA	
2.1. MASSAS CERÂMICAS PARA PAVIMENTO E REVESTIMENTO	04
2.2. SUSPENSÕES DE MATERIAIS CERÂMICOS	07
2.3. DENSIFICAÇÃO MECÂNICA - COMPACTAÇÃO	11
2.4. DENSIFICAÇÃO TÉRMICA - SINTERIZAÇÃO	14
3. TÉCNICAS DE TAGUCHI	
3.1. HISTÓRICO	19
3.2. PROJETO ROBUSTO	19
3.3. PRINCÍPIOS DE ENGENHARIA DE QUALIDADE	20
3.4. DELINEAMENTO DE EXPERIMENTOS	23
3.5. INTRODUÇÃO ÀS TABELAS ORTOGONAIS (OU ARRANJOS ORTOGONAIS)	26
3.6. ANÁLISE DE VARIÂNCIA (ANAVA)	30
3.7. RAZÕES SINAL/RUÍDO (S/R)	33
3.8. CONSTRUÇÃO DOS ARRANJOS ORTOGONAIS	36
3.9. ETAPAS EM PROJETO ROBUSTO	38
4. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	
4.1. CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS PRIMAS	40
4.2. DETERMINAÇÃO DA MATRIZ DE RUÍDO	42
4.3. PROCEDIMENTO DE ANÁLISE DOS RESULTADOS	44
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES	
5.1. MATÉRIAS PRIMAS	47
5.2. DETERMINAÇÃO DE FATORES E NÍVEIS	51
5.3. RESULTADOS OBTIDOS PARA CADA MASSA CERÂMICA	52
6. CONCLUSÕES	66
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	69

RESUMO

O objetivo deste trabalho, realizado nos laboratórios da empresa cerâmica **PORTINARI**, grupo **CECRISA**, foi o desenvolvimento e aplicação das técnicas de Delineamento Estatístico de Experimentos para formulação de massa cerâmica para pavimento utilizando a **METODOLOGIA DE TAGUCHI**. Inicialmente foram estudadas várias matérias primas de uso corrente na empresa com relação ao seu comportamento durante a queima. As propriedades estudadas para peças queimadas foram : resistência mecânica à ruptura por flexão, absorção de água e retração linear. As massas formuladas utilizando-se as técnicas de Taguchi foram então ensaiadas para as mesmas propriedades descritas acima. A massa otimizada resultante do experimento de comprovação foi comparada, a nível de laboratório, com uma massa fabricada pela empresa. A partir de alguns parâmetros otimizados no experimento de comprovação e com a utilização de uma argila diferente foi formulada uma nova massa que resultou em um produto da categoria semi-grês (grupo BIIA). Esta massa foi então testada industrialmente em número limitado de 150 peças, obtendo-se um produto acabado de melhor qualidade a um menor custo em matérias primas, portanto um produto robusto.

ABSTRACT

This study, done in cooperation with CERÂMICA PORTINARI, CECRISA group, deals with the development and application of **Statistical Experimental Design** for floor ceramic mass formulation using Taguchi Methodology. It was done some experiments with raw materials used by the ceramic industry, studying the properties of fired samples, such as bending resistance, water absorption and linear shrinkage. In a second step, it was measured the same properties for samples formulated by the Taguchi Methodology. The optimized laboratory mass, obtained from the confirmation experiment, was compared with a industrial ceramic mass. Concluding this study, a ceramic mass was formulated using some optimized parameters obtained from the confirmation experiment and using a different clay. This mass achieved a 'semigres' category (BIIa group, EN98 standards), and it was used to produce 150 pieces at the plant. The raw materials cost was decreased and the product quality increased, resulting in a robust product.

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

O processo de fabricação de pavimentos cerâmicos convencionais desenvolve-se normalmente em três etapas sucessivas : preparação das matérias primas, conformação das peças e tratamentos adicionais para submeter a peça ao processo de queima a fim de obter as propriedades finais desejadas. Um produto cerâmico é classificado segundo determinadas propriedades que devem ser consideradas em função do processo de fabricação do mesmo. Na etapa de preparação para a queima, quando está no estado chamado cru, um produto é analisado em função da facilidade de compactação, da resistência mecânica obtida, da densidade aparente do compactado, da facilidade de secagem das peças e da capacidade de defloculação da barbotina, etapa anterior à compactação mas de fundamental importância, pois uma barbotina de difícil defloculação inviabiliza a produção.

O produto queimado, dito acabado, deve ter as características adequadas ao uso, ou seja, estabilidade dimensional, resistência mecânica adequada, baixa porosidade, resistência à abrasão, ausência de defeitos, entre outras.

O processo cerâmico inicia-se com a seleção das matérias primas que devem formar a massa cerâmica. Essas matérias primas são fundamentalmente argilas, caulins, feldspatos, quartzos, carbonatos. As características, qualidade e proporções em que se combinam essas matérias primas dependem do tipo de produto a fabricar (cor, textura, tamanho e forma, aplicações etc.) e da tecnologia a ser utilizada para fabricação. Cada uma das matérias primas componentes de uma massa cerâmica tem uma função específica.

As argilas e minerais argilosos fornecem a plasticidade necessária à moldagem e manipulação das peças, aumentando sua resistência mecânica a verde. Também fornecem óxidos de silício e alumínio que ocasionalmente formarão parte da fase vítrea ou formarão determinadas fases cristalinas presentes na peça queimada (mullita e anortita, p.e.). Entre os critérios de seleção de argilas para uso em grês cerâmico estão : conteúdo em óxidos de ferro ou sua cor de queima, pois um conteúdo elevado altera a cor da massa; determinação do conteúdo em matéria orgânica, onde um excesso provoca a formação de coração negro, com a possibilidade de ocorrência de defeitos superficiais; determinação da curva de floculação; determinação do grau de compactação sob certas condições (pressão, umidade); determinação da plasticidade; determinação da retração de queima e da absorção de água a diferentes temperaturas de queima; análise química e mineralógica.

Os agentes não plásticos incluem areias silíceas e feldspáticas, feldspatos, carbonatos cálcicos e dolomitas, talcos, chamotes. Em grês cerâmico utiliza-se areias, feldspatos e talcos. Os feldspatos, como os filitos, aumentam a permeabilidade, facilitando a degasificação de secagem e de queima; aumentam a retração de queima e são fluxantes, formando fase vítrea e reduzindo a temperatura de queima necessária para se obter a porosidade adequada. As areias, como no caso dos feldspatos, aumentam a permeabilidade e a compactação; facilitam a defloculação, mas em excesso diminuem a resistência mecânica da peça seca e queimada; também aumentam o coeficiente de expansão térmica, pois apenas uma pequena porção forma a fase vítrea, permanecendo em sua maior parte como quartzo livre, com grande expansão térmica, atuando como parte estrutural da peça. Os talcos também são agentes fundentes, pois os óxidos alcalinos formam eutéticos que reduzem a temperatura de queima necessária para se obter a porosidade desejada ou para aumentar a resistência mecânica do produto queimado.

A otimização da formulação é muito importante já que exerce influência decisiva em todas as etapas do processo cerâmico. Normalmente opta-se por uma composição de equilíbrio entre as características das matérias primas utilizadas, pois algumas propriedades que exercem efeito positivo em uma determinada etapa do processo podem influir de maneira negativa em outras etapas. Assim, por exemplo, a utilização de uma granulometria muito fina exerce um efeito positivo sobre a reatividade entre os sólidos, permitindo aumentar o grau de gresificação, diminuir a temperatura de queima e a redução do ciclo térmico de produção, no

entanto aumenta a contração durante a secagem e a queima (criando a possibilidade de problemas dimensionais) e diminui a permeabilidade da peça (gerando a possibilidade de retenção de matéria orgânica e a formação de coração negro, um dos mais frequentes defeitos dos pisos cerâmicos de monoqueima).

Os parâmetros físico-químicos que caracterizam as argilas naturais e as demais matérias primas empregadas na fabricação de produtos cerâmicos são a composição químico-mineralógica, a distribuição granulométrica, o conteúdo em sólidos e o grau de defloculação de partículas em suspensão, o índice de plasticidade das argilas, a densidade aparente do compactado, a temperatura de gresificação, etc.

A etapa moagem tem o objetivo de aumentar a superfície específica do pó e portanto incrementar a cinética das reações que ocorrem durante o processo de queima. A operação de queima (sinterização) é uma das etapas mais importantes do processo de fabricação, pois confere grande parte das características do produto cerâmico acabado : resistência mecânica, estabilidade dimensional, planaridade, ortogonalidade, expansão por umidade, entre outras.

Durante a queima, desenvolvem-se transformações físico-químicas, tais como dilatação térmica, densificação, fusão, transformações alotrópicas, reações de decomposição, reações de hidratação, combustão de matéria orgânica.

Com o acréscimo de temperatura, ocorre uma série de transformações em uma massa cerâmica argilosa :

TEMPERATURA (°C)	TRANSFORMAÇÕES
< 200	Eliminação de água residual da secagem e água reabsorvida na esmaltação (chamada água higroscópica) e da água adsorvida na estrutura cristalina (chamada água zeolítica).
300 - 650	Combustão de matéria orgânica. Eliminação de água constitucional e conseqüente destruição do retículo cristalino.
573	Decomposição de hidróxidos. Transformação alotrópica do quartzo ($\alpha \rightarrow \beta$) que determina um brusco aumento de volume.
800 - 950	Decomposição de carbonatos (calcário e dolomita) com liberação de CO ₂ . Combustão de restos carbonosos Formação de fases cristalinas constituídas de silicatos e sílico-aluminatos complexos e início de formação de fase vítrea.
1100	Decomposição de sulfatos Incremento de fase vítrea

Atualmente um pavimento cerâmico, ou piso cerâmico, é fabricado pelo processo de monoqueima, onde se obtém o produto final, com todas suas características físico-mecânicas e estéticas em apenas uma etapa de queima. Um pavimento de baixa porosidade, denominado "grês", apresenta elevada resistência mecânica devido a sua baixa porosidade e pela formação de fases de elevada resistência específica. Essa baixa porosidade, correspondendo à absorção de água de 3 % a 6 % no caso de um semi-grês, associada a uma retração de queima de $\cong 5$ %, obtém-se com matérias primas com propriedades e características bem definidas e ciclos de queima otimizados.

Como as características de um produto cerâmico dependem das matérias primas selecionadas e do processo de fabricação utilizado, percebe-se a dificuldade na formulação de uma massa cerâmica que possa combinar as melhores características de cada matéria prima e ao mesmo tempo ser produzida em um processo de fabricação econômico e dinâmico, como é a monoqueima. Normalmente utiliza-se uma massa de partida e faz-se ajustes na proporção de cada componente (cada matéria prima) até serem obtidas características aceitáveis. Percebe-se o desperdício em tempo e dinheiro com tal metodologia, pois deste modo apenas um componente da massa é analisado de cada vez.

OBJETIVOS

Dentro deste enfoque, o objetivo global deste trabalho foi a utilização das Técnicas de Taguchi como delineamento estatístico de experimentos para a formulação de massas cerâmicas para pavimento (piso cerâmico). Como objetivos específicos o trabalho envolveu a caracterização físico-mecânica em função da temperatura das matérias primas utilizadas, o domínio da metodologia de Taguchi e a análise e viabilidade de aplicação da metodologia para formulação de massas cerâmicas.

Taguchi, a partir dos anos 50, inovou o método clássico de experimentação estatística com a introdução de novos conceitos, principalmente o conceito de função perda, a perda econômica para a sociedade devido à falha do produto, base de toda a sua metodologia, e o conceito de razão sinal ruído para análise dos resultados, utilizando como procedimento experimental os arranjos ortogonais.

A metodologia de Taguchi consiste de uma série de etapas que objetivam à otimização. Esta otimização possibilita a análise e teste de várias variáveis ao mesmo tempo, sendo que com uma pequena quantidade de experimentos é possível a análise de uma vasta região experimental. Como um exemplo, na análise de uma variável a cada vez, para um experimento com 7 variáveis onde cada variável tivesse dois valores (níveis 1 e 2), seriam necessários 2^7 experimentos, ou seja, 128 experimentos. Não é necessário fazer comentários sobre o custo de tal ensaio. Utilizando-se os arranjos ortogonais seriam necessários apenas 8 experimentos para cobrir toda região experimental. É claro que ocorre uma perda de precisão, se comparado aos 128 experimentos da Técnica de Combinação tradicional, mas a utilização das razões sinal ruído permite uma análise rápida e eficiente de quais fatores afetam o produto ou processo, indicando inclusive quais níveis, quais os valores de cada variável utilizada são os que otimizam o produto. Neste caso otimizar significa fazer com que o produto sempre atinja suas especificações de projeto em qualquer condição de utilização e durante toda sua vida útil.

Para isto, em uma primeira etapa, é necessário identificar a função de um produto e como este produto falha. As condições de teste devem ser as mais similares possíveis às condições reais, e todos os fatores que afetam o processo de fabricação devem ser conhecidos, pois uma visão global do processo é fundamental para o êxito na aplicação das Técnicas de Taguchi.

CAPÍTULO 2

CERÂMICA TRADICIONAL - CONCEITOS BÁSICOS E DEFINIÇÕES

2.1. MASSAS CERÂMICAS PARA PAVIMENTO E REVESTIMENTO

Uma massa cerâmica deve possuir plasticidade suficiente para uma boa compactação, com resistência mecânica a verde e a seco aceitáveis. Como em Santa Catarina os produtos gresificados têm matéria prima moída via úmida, a massa cerâmica deve ser facilmente defloculável. Finalmente a composição químico-mineralógica deve ser equilibrada para que no processo de sinterização a fase vítrea formada tenha viscosidade adequada para que não ocorram deformações nas peças e para que estas tenham as características tecnológicas desejadas.

Assim, percebe-se que a caracterização químico-mineralógica das matérias primas empregadas e o estudo das características de suas componentes permite avaliar as modificações necessárias na formulação de uma massa cerâmica para a alteração das propriedades do produto acabado, inclusive com a utilização de novas matérias primas.

Argilas

De um modo geral o termo argila significa um material de textura terrosa e de baixa granulometria [1], que desenvolve plasticidade quando misturado com certa quantidade de água. As argilas são constituídas essencialmente por compostos à base de silício, alumínio e água, e por quantidades apreciáveis de compostos de ferro e de metais alcalinos e alcalino-terrosos. Tais compostos formam silicatos, aluminatos, carbonatos, sulfatos, etc.

A caracterização de uma argila visando seu uso tecnológico implica no conhecimento da variabilidade de suas propriedades, sendo necessário o emprego de técnicas comuns (análise de propriedades físico-mecânicas, químicas e de troca de íons) e sofisticadas, como a microscopia de transmissão (para determinar a morfologia das partículas individuais dos argilominerais) e de varredura (que fornece a textura de agregados naturais dos argilominerais antes e após um tratamento industrial).

Assim, as seguintes propriedades deveriam ser medidas e/ou determinadas :

- textura - termo macroscópico para a argila sólida, consequência da distribuição granulométrica, forma das partículas constituintes, origem das partículas umas em relação às outras (uma função do intemperismo) e das forças que unem as partículas entre si;
- composição mineralógica;
- propriedades micrométricas - granulometria e distribuição granulométrica;
- íons trocáveis;
- sistema argila-água;
- propriedades físico-mecânicas em função da temperatura;
- propriedades tecnológicas específicas, mensuráveis em laboratório.

As estruturas das argilas minerais são basicamente dominadas pela distribuição de oxigênio [2]; entre estes há espaços tetra, octaédrais e poliedrais. O modo como os espaços são preenchidos determina como os oxigênios são atraídos e mantidos juntos. Os principais grupos dos argilominerais são cinco (na tabela 1 [3] estão algumas constantes físicas de alguns dos minerais citados, contendo seu nome, a fórmula de sua unidade básica, densidade, dureza (em escala Mohs) e sua forma cristalina) :

- O grupo da **caulinita** reúne os mais simples argilominerais. Inclui caulinita, dickita, nacrita, anauxita, halloysita nas formas de alta e baixa temperaturas e livesita. Sua estrutura básica consiste de átomos de oxigênio arranjados de modo a formar camadas alternadas de espaços tetra e octaédrais.
- O grupo da **montmorillonita** apresenta montmorillonita, beidelita, saponita, stevensita, nontronita e sauconita. Há duas camadas de espaços tetraédrais para todo octaedral.

Estes minerais têm a propriedade comum de absorver grandes quantidades de água entre as camadas adjacentes. A rede de oxigênio é tão grande que seus espaços podem ser preenchidos por diferentes átomos; os espaços octaédricos podem ter alumínio, magnésio, íon férrico ou zinco; os tetraedrais podem ter silício ou alumínio.

- O grupo da illita (ou hidromica) apresenta a fórmula geral $(OH)_4K_y(Al_4.Fe_4.Mg_4.Mg_6)Si_{8-y}.Al_y.O_{20}$ onde y varia de 1 a 1,5. Ao contrário das montmorillonitas, a água não penetra em seu interior e não expande-a, porque as camadas adjacentes são mantidas unidas por íons de potássio.
- Um argilomineral incomum é a **atapulgita**, a qual é fibrosa, encontrada somente na Flórida e Geórgia (EUA), terras fuller e argilas de Mormoiron (França).
- O termo **alófano** é usado para soluções mútuas não cristalinas de sílica, alumina e água; embora seja um constituinte das argilas, não é um verdadeiro mineral.

Tabela 1. Constantes físicas de alguns minerais [3].

nome	fórmula	densidade (g/cm ³)	dureza (Mohs)	forma cristalina e cor
Albita	NaAlSi ₃ O ₈	2,63	6-6,5	triclinico - incolor, branco, amarelo, rosa
Anortita	CaAl ₂ Si ₂ O ₈	2,76	6-6,5	triclinico - branco, amarelo, verde
Calcita	CaCO ₃	2,72-2,94	3	rômbico - incolor, branco, cinza, amarelo, rosa
Dolomita	CaMg(CO ₃) ₂	2,86	3,5-4	rômbico - branco, branco amarelado
Gibbsita	Al(OH) ₃	2,38-2,42	2,5-3,5	monoclinico - branco acinzentado
Illita	K _{1-1,5} Al ₄ Si _{7-8,5} Al _{1-1,5} O ₂₀ (OH) ₄	2,6-2,9	1-2	monoclinico - branco
Leucita	KAlSi ₃ O ₈	2,47-2,50	5,5-6	tetragonal - branco, cinza
Magnesita	MgCO ₃	2,98-3,44	3,5-4,5	tetragonal - vermelho
Montmorillonita	(Ca,Na) _{0,7} (Al,Mg,Fe) ₄ (Si,Al) ₈ O ₂₀ (OH) ₄ .nH ₂ O	2-3	1-2	monoclinico - branco, amarelo, verde
Moscovita	KAl ₂ Si ₃ AlO ₁₀ (OH ₃ F) ₂	1,77-2,88	2,5-3	monoclinico - incolor, verde claro, vermelho claro
Ortoclásio	KAlSi ₃ O ₈	2,55-2,63	6-6,5	monoclinico - incolor, branco, rosa, vermelho, verde
Pirofilito	Al ₂ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂	2,65-2,90	1-2	monoclinico - branco, amarelo, azul, claro
Quartzo	SiO ₂	2,65	7	rômbico - incolor, branco, negro, verde, rosa
Talco	Mg ₃ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂	2,58-2,83	1,5-2,5	monoclinico - incolor, branco, verde claro e escuro
Wollastonita	CaSiO ₃	2,87-3,09	4,5-5	triclinico - branco, incolor, cinza

Argilas industriais

As argilas industriais, i.e., que existem em quantidades economicamente suficientes para exploração industrial, são (segundo *United States Bureau of Mines*) : caulins, *ball clays*, *fire clays*, bentonitas, terras fuller e argilas para finalidades diversas [4].

- **Caulins** ou **china clays** : usados em cerâmica branca, papel, borracha, catalisadores e outros usos, são o produto resultante da ação do intemperismo sobre rochas feldspáticas. Os argilominerais principais presentes são caulinita (Al₂O₃.2SiO₂.2H₂O) e/ou halloysita (Al₂O₃.4SiO₂.H₂O + água). Nos caulins naturais (não processados), as cores variam de branco, creme, rosa ou amarelo.
- **Ball clays** : usadas em cerâmica branca onde conferem elevada plasticidade e resistência mecânica à massa cerâmica. São compostas exclusivamente por caulinita lamelar, com

teores variáveis de mica-muscovita, quartzo e montmorillonita, além de matéria orgânica. Suas cores naturais variam do creme-escuro ou rosa a tonalidade de cinza e preto. No Brasil, recebem o nome genérico de “argilas plásticas para cerâmica branca”.

- **Fire clays** (argilas refratárias) : usadas na fabricação de materiais refratários sílico-aluminosos e aluminosos ou como ligantes em outros materiais refratários. São essencialmente cauliniticas com teores apreciáveis de quartzo e matéria orgânica. As cores após queima são rosa, creme ou cinza.
- **Bentonitas** : apresentam os argilominerais do grupo da esmectita, com predominância de montmorillonita. Uma classe destas argilas apresenta a propriedade de inchamento (*swelling*) em presença de água, aumentando em até vinte vezes o volume da argila seca. A cor natural varia do branco ao creme, sendo geralmente creme-esverdeada. Apresentam teores elevados de metais alcalinos e alcalino-terrosos. São utilizadas em cerâmicas, em metalurgia, em indústrias químicas, de petróleo e farmacêuticas.
- **Terras fuller** : predomina montmorillonita, às vezes em camadas mistas de illita-montmorillonita ou clorita-montmorillonita; podem conter paligorskita-sepiolita. São utilizadas como descorantes de óleos, diluentes químicos e absorventes, não tendo uso cerâmico.
- **Argilas para finalidades diversas** (argilas comuns) : são argilas sedimentares que queimam em várias tonalidades de vermelho, contendo caulinita, montmorillonita e principalmente illita, além de impurezas como matéria orgânica, quartzo, calcário, pirita e outros. São utilizadas para cerâmica vermelha, fabricação de cimento e agregados leves, e outros usos gerais.

Caulins e argilas para cerâmica branca

Os tipos de argilas utilizadas em cerâmica branca são : caulins e argilas plásticas (*ball clays*), além de filitos cerâmicos e/ou materiais fundentes [1].

Os caulins para cerâmica branca queimam em cores claras a 1250 °C; quando ricos em ferro, manganês ou titânio, queimam com cor escura a 1450 °C e mesmo a 1250 °C; neste último caso podem ser usados na fabricação de material sanitário com temperaturas de queima entre 1230 °C e 1280 °C. Quando queimados a 1450 °C podem ser utilizados na fabricação de porcelana dura e porcelana técnica; quando contêm certo teor de feldspato não decomposto vitrificam a 1250 °C e podem fundir total ou parcialmente a 1450 °C.

As argilas plásticas (*ball clays*) queimam nas cores branca ou clara a 1250 °C, apresentam grande plasticidade, elevada resistência mecânica a verde, facilitando o manuseio e o empilhamento (quando for necessário) no forno, além de conferir plasticidade às massas cerâmicas.

Filito é o nome dado a uma rocha metamórfica composta de uma mistura de caulinita, mica muscovita e quartzo. Os filitos vitrificam em 1250 °C e fundem total ou parcialmente a 1450 °C. São empregados em massas cerâmicas grês e cerâmica branca como substitutos parciais da fração argilosa e do feldspato (ou de outra fração fundente), além de serem empregados em proporções diversas para aumentar a cinética de sinterização de massas cerâmicas para louças, pisos, azulejos e materiais refratários. São de baixa plasticidade e de baixíssima resistência mecânica à ruptura por flexão a verde.

Outros minerais utilizados em cerâmica

- **Sílica** : um dos minerais mais puros e abundantes encontrados na crosta terrestre, com grande aplicação na cerâmica, na fabricação de vidros, vidrados, esmaltes e abrasivos, devido sua dureza, relativa infusibilidade, baixo custo e capacidade de formar vidros. É encontrado sob as formas de quartzo, cristobalita, tridimita e sílica vitrificada.
- **Feldspatos** : são utilizados como fundentes em massas e corpos para cerâmica branca, como fonte de alumínio em vidro e de álcalis em vidrados e esmaltes, sendo de baixo custo. O feldspato aparece sob as formas albita, ortoclásio e principalmente anortita.
- **Dolomita** : é uma solução sólida de cristais de magnesita ($MgCO_3$) e calcita ($CaCO_3$), usada em cerâmica como uma fonte de cal e magnésia para cerâmica branca e vidro.

- **Talco** : o mineral puro tem composição mineralógica $3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, é mole e cliva facilmente, sendo que para uso cerâmico deve estar em estado puro. Quando usado em massas para cerâmica branca é misturado, depois de moído, em proporções que variam de 20 % a 40 % com caulim, argilas plásticas e feldspato potássico. As peças feitas por colagem ou prensagem são queimadas em temperaturas que variam de 1200°C a 1300°C . De modo geral, a presença de talco modifica favoravelmente certas características tecnológicas, pois aumenta a resistência ao choque térmico permitindo a queima rápida e baixa a temperatura de maturação da massa cerâmica, embora diminuindo o intervalo de queima. Tem como desvantagens apresentar retração diferencial elevada e laminação das peças prensadas quando a granulometria não é controlada.

2.2. SUSPENSÕES DE MATERIAIS CERÂMICOS

Suspensões cerâmicas são dispersões coloidais que têm como característica a tendência das partículas agregarem-se, sendo que a interação entre as partículas durante os encontros de agregação determinam a estabilidade da dispersão. Como a água é imprescindível no estudo das propriedades fundamentais das argilas, deve-se considerar o sistema argila-água.

Misturas de argila-água apresentam vários tipos de escoamento, dependendo da natureza da argila e de soluções solúveis feitas com água. Embora algumas suspensões argilosas pareçam escoar como líquidos, elas raramente comportam-se exatamente como líquidos homogêneos, que devem apresentar escoamento viscoso newtoniano [2]. Um líquido newtoniano verdadeiro é independente da taxa de escoamento pelo qual é medido (figura 1). Muitas argilas quando misturadas com água têm uma viscosidade muito alta a baixas tensões de cisalhamento; isto é denominado escoamento plástico. Certas suspensões, chamadas dilatantes, apresentam a menor viscosidade aparente a pequenas taxas de cisalhamento.

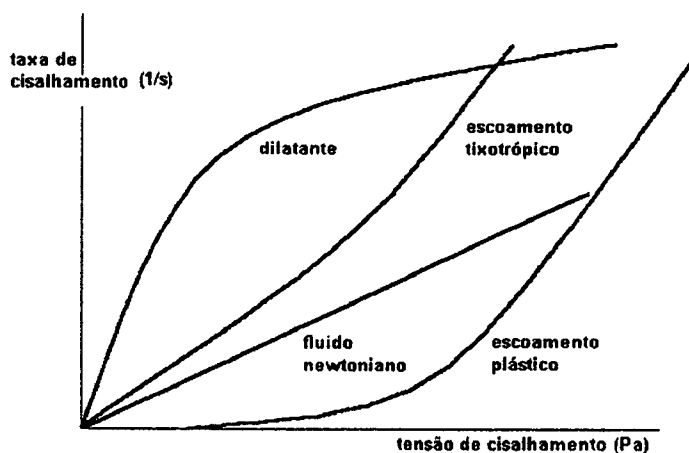


Figura 1. Tipos de escoamento [2].

Algumas das curvas de escoamento podem ter laços de histerese superpostos a elas. Certas suspensões têm a propriedade de tixotropia; isto é, quando uma mistura fluida é deixada em repouso, endurece e torna-se um gel, sem haver separação em duas camadas. Com agitação o estado original é obtido. Deste modo, a viscosidade decresce com o aumento da taxa e do tempo de agitação (em oposição à viscosidade de uma mistura plástica a qual decresce com o aumento da taxa de cisalhamento, mas é independente do tempo).

O estudo da tixotropia de certas misturas químicas argila-água, que têm propriedades de escoamento dependentes de períodos breves de repouso ou movimento é de considerável importância em trabalhos cerâmicos.

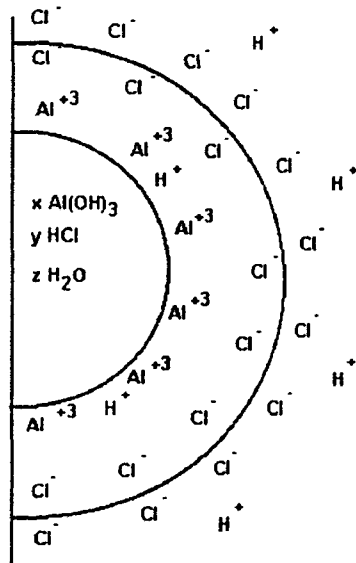


Figura 2. Representação esquemática de uma partícula coloidal de gibsita [5].

No sistema argila-água a partícula de argila dispersa apresenta carga negativa em sua superfície, formando uma camada limite de separação entre a argila e a água, o que pode ser comprovado aplicando-se um campo elétrico, resultando que a partícula de argila migra até o eletrodo positivo. Os fenômenos verificados são eletrocinéticos, e o sistema argila-água resume-se a [2, 5] (figura 2) :

- um núcleo argiloso com carga negativa em sua superfície de íons OH⁻;
- íons H⁺ adsorvidos na partícula de argila formando uma dupla camada;
- moléculas de água circundando a partícula.

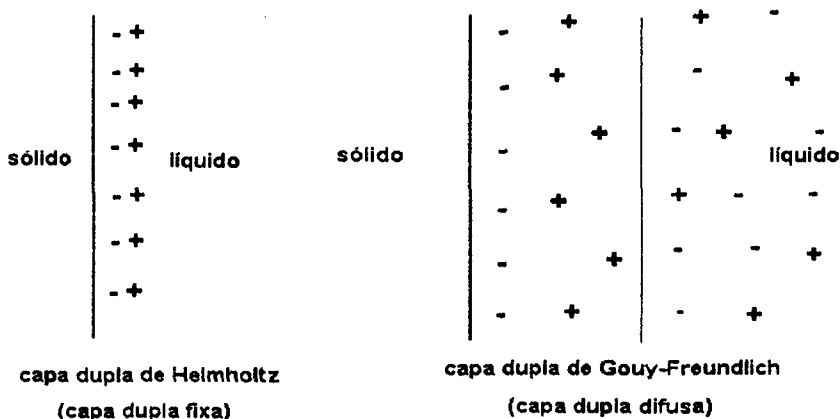


Figura 3. Representação esquemática do conceito de dupla camada [5, 6].

A dupla camada [5, 6] é um conceito equivalente a um condensador elétrico de placas paralelas, que permite um tratamento matemático segundo as leis da Eletrostática - ou seja, é

a existência de camadas carregadas com sinais diferentes na camada limite sólido-líquido, formando uma camada difusa (figura 3).

Existe, portanto, um potencial químico no limite entre o sólido e a camada difusa, que é praticamente constante, mas entre esta camada e a massa líquida sofre grande variação devido à adição de substâncias, e em presença de água determina o comportamento da argila quanto à floculação, plasticidade, características de secagem e outras características. Este potencial é denominado potencial zeta (figura 4), e no sistema argila-água o aumento do potencial zeta (aumento das forças repulsivas) induz uma maior dispersão da partícula de argila em água (maior defloculação).

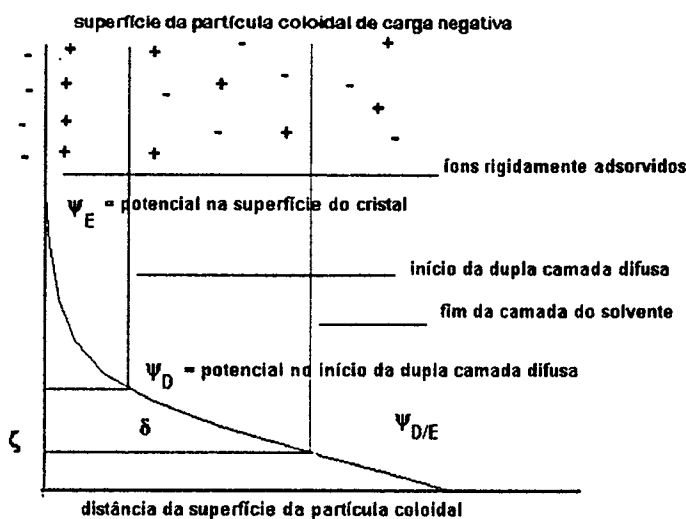


Figura 4. Estrutura esquemática da distribuição de cargas elétricas em uma partícula coloidal [5].

Floculação e Defloculação

Defloculação é a dispersão de partículas sólidas em uma suspensão aquosa (como em uma barbotina cerâmica) [2, 5, 6] (figura 5). A relação ótima água-sólido é um fator econômico na preparação da barbotina para o processo de colagem, alimentação de atomizadores e preparação de suspensões, onde se quer obter a condição de máxima estabilidade e fluidez com a mínima quantidade de água. O fenômeno de defloculação se explica porque existe uma carga elétrica negativa na partícula de argila, que é intensa em sua proximidade e diminui em pontos mais afastados, devido aos cátions adsorvidos (formando um gradiente de potencial eletroquímico), o que coincide com a orientação das moléculas de água próximas à partícula, sendo as demais moléculas de água livres.

As distâncias entre as partículas de argila suspensas em um meio líquido podem ser reduzidas devido às forças de Van der Waals e devido ao movimento browniano, incessante e desordenado, mas como existe uma carga negativa em torno de uma partícula de argila manifestam-se forças de repulsão em oposição às forças de atração (Van der Waals). Se as forças de atração prevalecem sobre as de repulsão tem-se floculação, caso contrário, defloculação (figura 5).

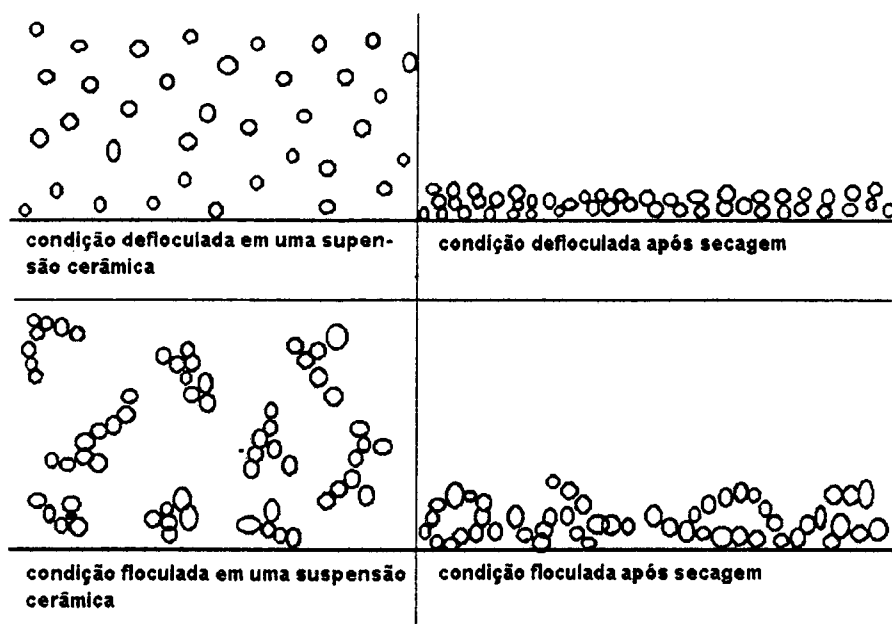


Figura 5. Representação esquemática das condições defloculada e floculada em suspensões coloidais [2].

Em uma suspensão defloculada as partículas estão separadas e a viscosidade aparente é menor, sendo necessária menor quantidade de água para tal efeito ocorrer. Pode-se modificar esta condição pela adição de substâncias que alteram o potencial zeta, os chamados floculantes e defloculantes.

Ácidos são floculantes, pois aumentam a concentração de íons H^+ que diminuem a carga negativa da partícula argilosa, formando uma camada de pequena espessura (menor distância entre as partículas). Bases podem ser floculantes ou defloculantes, dependendo do tipo e quantidade de base adicionada.

Em resumo, adições de eletrólito alteram o pH de suspensões, diretamente relacionado com o potencial zeta (ou potencial eletroquímico).

Estabilidade de suspensões

Um problema na estabilidade de suspensões é a sedimentação de partículas mais grossas [4, 5], cuja velocidade é maior em suspensões diluídas, que pode ser evitada quando há uma ampla faixa de tamanho de partículas (maior interação entre as partículas) ou em suspensões mais concentradas (maior densidade aparente). Outro efeito de aumento de viscosidade aparente é devido à ruptura de agregados em partículas simples por agitação mecânica ou penetração de água nos agregados, ou ainda devido ao envelhecimento (suspensão em repouso por períodos muito longos).

Processos industriais em suspensões

a - Aplicação em barbotinas de colagem (moldagem em gesso)

A barbotina de colagem pode ser definida como suspensões com alto conteúdo em sólidos (45 % a 60 %) de vários materiais cerâmicos dispersos em meio aquoso, onde a fluidez é obtida por meio de adição de defloculantes. A colagem é a consolidação das partículas suspensas quando a água é eliminada mediante molde absorvente (gesso), sendo que as partículas se aproximam e as forças de atração aumentam consideravelmente.

b - Aplicação em barbotinas de atomização

Neste caso o problema consiste em obter-se uma barbotina que possa ser descarregada dos moinhos e circular pelos dutos até o atomizador, apresentando uma densidade tão alta quanto possível, para que o conteúdo em sólidos seja o mais elevado,

reduzindo a quantidade de água a evaporar no atomizador, com menor consumo energético e maior produção.

c - Aplicação em barbotinas de esmaltes cerâmicos

Os compostos utilizados devem ter as seguintes características reológicas : bons dispersantes, bom controle da viscosidade, possibilidade de mudança das características tixotrópicas se necessário, possibilidade de alteração da viscosidade das barbotinas de esmalte sem afetar as propriedades da mesma, possibilidade de melhorar a aderência ao suporte e possibilidade de controle do tempo de secagem.

2.3. DENSIFICAÇÃO MECÂNICA - COMPACTAÇÃO

A prensagem é o processo de compactação universalmente utilizado na fabricação de pavimentos de grês de monoqueima [8]. Isto deve-se ao fato de que pela prensagem é possível obter-se um grande rendimento de produção, há facilidade em automatizar o processo, ocorre baixa contração na secagem e grande precisão dimensional.

Os principais objetivos da operação de prensagem de peças grês são a distribuição uniforme do atomizado na matriz e a correta aplicação de uma pressão suficientemente elevada que confira à peça as características de compactação uniforme e resistência mecânica a verde adequada.

Muitos são os fatores que influenciam a operação de prensagem, mas estes podem ser reunidos em grupos bem distintos. Para a formação da peça são necessárias três etapas sucessivas de tratamento [4, 5, 7] (figura 6) :

- Preparação da massa (mistura do pó com certa quantidade de água).
- Compactação da massa (ou moldagem).
- Densificação e aumento da resistência da peça por efeito da temperatura (queima ou sinterização).

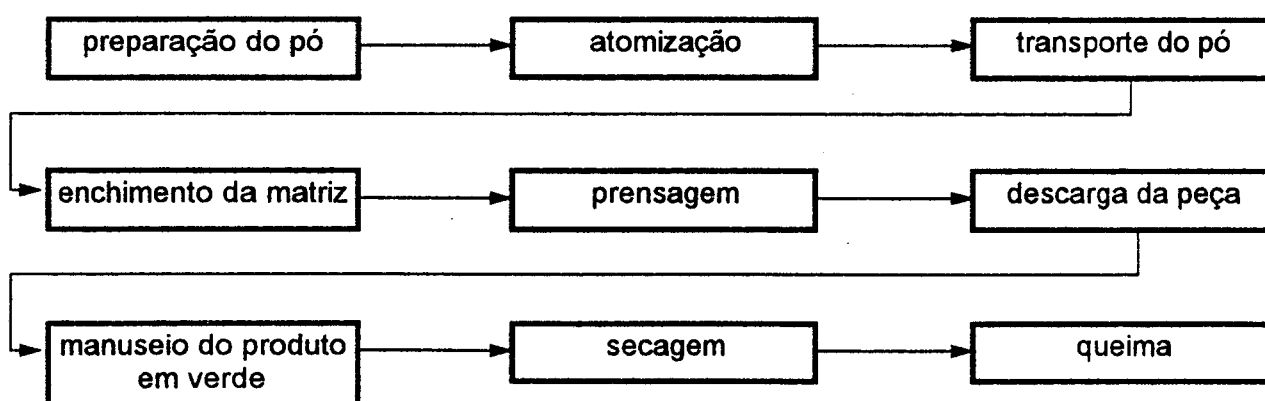


Figura 6. Esquema ilustrativo do processo de fabricação típico de uma peça cerâmica para pavimento [2].

Compactação em seco

As propriedades do produto final são influenciadas diretamente pela interação entre estas etapas [2, 4, 5] : a distribuição de densidade do produto prensado depende da preparação do pó (atomização, no caso de massa grês), enchimento da matriz e manuseio; esta distribuição, em conjunto com as matérias primas usadas determinam as propriedades dos produtos sinterizados

Influência do tamanho de partícula

O comportamento do material durante o enchimento da matriz e durante a compactação é função da interação entre as partículas e da configuração dos espaços vazios entre estas [4, 5, 8] (figura 7). Partículas frágeis (que fraturam com a aplicação de carga) e com tamanhos variáveis aumentam o fator de empacotamento, pois as partículas menores preenchem os espaços vazios. Com a adição de água (em torno de 5 %, como lubrificante) é possível a obtenção de maiores fatores de empacotamento (ou maiores compactações) com redução da variação de volume, reduzindo-se a contração na secagem e aumentando-se o número de ligações (necks) na sinterização.

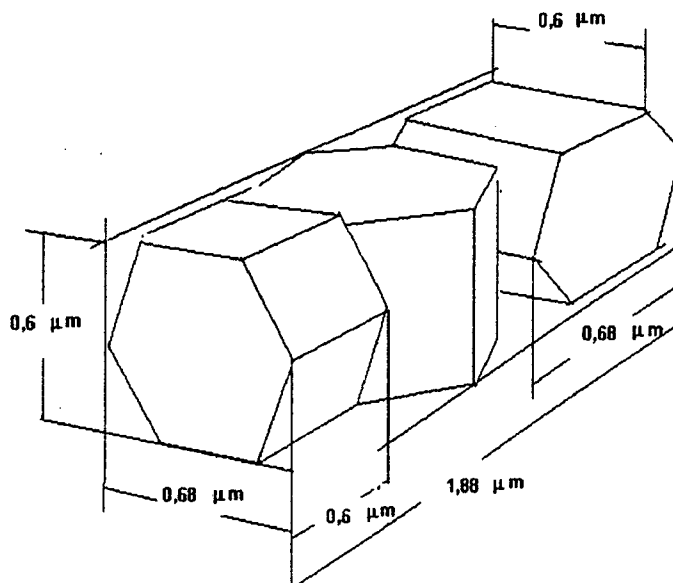


Figura 7. Empacotamento de placas de caulinita em uma massa plástica [4].

Granulometria

A compactação do pó atomizado, em processos industriais, pode ser subdividida nas seguintes etapas [5, 8] :

- estado inicial, onde a densidade aparente aumenta devido à deformação e ruptura das partículas com o aumento de pressão;
- estado intermediário, onde o aumento de densidade é menor, pois as partículas fraturadas aumentam a superfície específica, ocasionando maiores forças de atrito, o que dificulta a compactação;
- estado final, onde o aumento de pressão altera muito pouco a densidade.

Um estudo realizado por Benlloch et all [8] demonstra que no intervalo de pressões utilizadas industrialmente (entre 14,7 MPa e 44,1 MPa) a variação do tamanho das partículas (granulometria) não exerce efeito considerável sobre a compactação alcançada nem sobre as propriedades do produto sinterizado. A distribuição do tamanho de partículas (partículas grossas interagindo com partículas finas) é que afeta marcadamente tais propriedades.

Pressão e umidade

Quando a peça está crua (não queimada), a água atua como um lubrificante, reduzindo o atrito entre as partículas e facilitando a compactação, mas quando é atingido um valor crítico (umidade crítica) a água diminui a aproximação das partículas na secagem, originando menor compactação - menor densidade aparente [8].

Assim, existe um valor ótimo de variação da pressão e da umidade (figura 8), onde se obtém a mesma compactação para o produto, ou seja, mesma densidade aparente em função de um intervalo fixo de pressão de compactação e de umidade da massa.

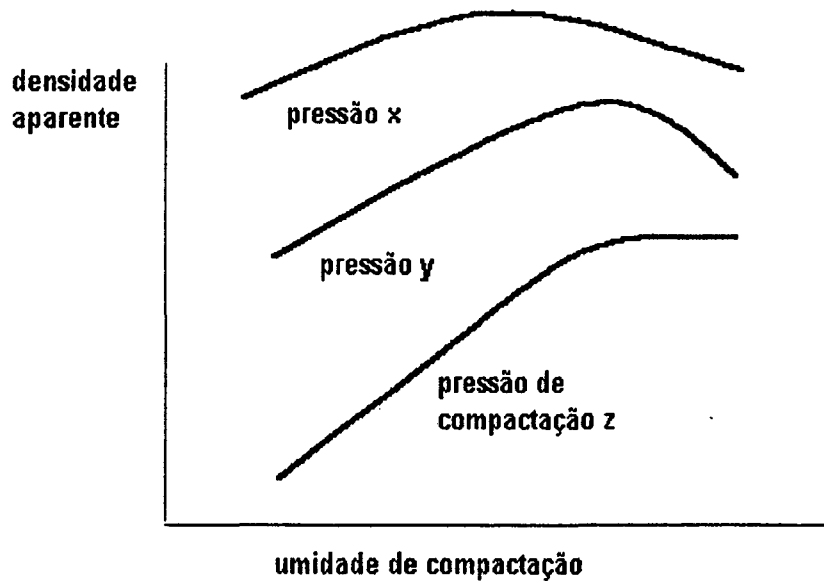


Figura 8. Diagrama densidade aparente x umidade de prensagem [8].

Em baixas temperaturas de queima a retração da peça é baixa e a absorção de água é elevada, resultado que a porosidade da peça é pouco alterada na secagem. Porém, para temperaturas normais de queima há uma grande influência da compactação da peça crua sobre as propriedades do produto acabado (sinterizado).

Uma maior compactação origina menor retração e menor absorção de água do produto sinterizado. Pequenas variações na compactação de uma mesma peça (e por consequência na densidade aparente) resultam em retrações diferentes dentro da peça, originando deformações não desejáveis.

Comportamento plástico

a - Plasticidade

Neste caso a massa cerâmica deve ser considerada em sua forma rígida, pois, basicamente, a diferença entre uma barbotina e um corpo plástico é a quantidade de água. Quando aplicado para argilas, o termo *plástico* é aceito com o significado de que as argilas absorvem água, em uma dada quantidade, e quando é aplicada pressão que possa deformá-la sem ruptura, a nova forma é mantida, ainda que a pressão seja descarregada [2]. Em um amplo intervalo de conteúdo de água as características de fluidez da barbotina e de rigidez do corpo plástico combinam-se, formando massas plásticas devido esta adição de água, o que se denomina plasticidade [5].

Com uma correta proporção de água a massa apresenta este comportamento plástico, sendo possível obter-se características de deformação, e a massa pode ser então extrudada, compactada, moldada, etc. A resistência mínima à compressão obtida com a adição de água até o momento em que a massa adquire propriedades de um líquido viscoso corresponde ao limite líquido de Atterberg.

Uma massa cerâmica pode ser considerada como sendo composta por uma série de partículas separadas por finas camadas de água que lubrificam e facilitam o deslizamento de uma partícula sobre outra, e a espessura destas camadas de água diferencia uma barbotina de uma massa cerâmica.

As propriedades das argilas, matérias primas das massas cerâmicas, estão diretamente ligadas às propriedades das suspensões formadas pela mistura partícula-água (suspensões coloidais). Tais propriedades são: tamanho original das partículas, capacidade de troca iônica da argila, natureza dos íons adsorvidos (eletronegatividade), natureza dos íons contidos na água presente na massa (água residual), conteúdo em matéria orgânica [4, 5].

Então, um aumento em plasticidade de uma massa produz, a princípio, maior ductilidade dos produtos compactados, maior retenção de água causando maior retração na secagem com aumento da possibilidade de fissuras e também diminuição da velocidade de formação de parede, no caso de colagem de barbotinas.

A resistência mecânica de uma argila seca (isenta de toda água capilar) pode ser medida pelo valor das tensões de ruptura à flexão, à compressão e à tração desta, mas o valor da tensão de ruptura à flexão é mais indicado tecnologicamente, por ser de mais fácil aplicação. A tensão de ruptura à flexão de uma argila é medida adicionando-se água à argila em quantidade suficiente para formar uma massa plástica, moldando-se corpos de prova de forma e dimensões padronizadas; os corpos de prova são secos ao ar a 110 °C e depois fraturados.

Como a argila não é um corpo homogêneo no sentido da resistência mecânica dos materiais, a tensão de ruptura varia dentro de uma faixa de valores em função da forma e dimensões dos corpos de prova. Esta faixa de variação é devido a que a argila seca constitui um sistema complexo em que as partículas componentes estão embricadas entre si, isoladas ou aglomeradas, e além disso a espessura da camada de água (umidade residual), a força de atração de Van der Waals entre as partículas e a presença de materiais orgânicos e inorgânicos amorfos podem exercer uma ação adesiva entre as partículas.

b - Limites de Atterberg : limite líquido (LL) e limite plástico (LP)

Entende-se por limites de Atterberg a separação entre o **limite plástico** (percentual de água mínimo para tornar uma massa compactável) e o **limite líquido** (percentual de água adicionada à massa para que esta tenha resistência mecânica suficiente para ser moldada). Por esta definição [5], uma argila é mais plástica quanto maior a separação entre estes limites. O **limite líquido** é o ponto em que ocorre transição de estado líquido para plástico, indicado pela quantidade de água presente no momento em que a barbotina perde fluidez. O **limite plástico** é o ponto em que ocorre transição de estado plástico a semi-sólido, indicado pela quantidade de água presente no momento em que a massa perde plasticidade e deixa de ser amoldável.

O conhecimento destes limites em uma argila indica o intervalo da quantidade de água que deve ser adicionada e permite comparar várias massas entre si quanto à plasticidade, não sendo assim um valor absoluto mas comparativo, resultando em um controle de qualidade que pode ser aplicado às matérias primas argilosas. Tem sido feito algum estudo para padronização dos ensaios de plasticidade [9], levando-se em conta os conceitos de limites de Atterberg, tentando-se obter valores absolutos para a mesma.

2.4. DENSIFICAÇÃO TÉRMICA - SINTERIZAÇÃO

Reações com sólidos

A maior parte das reações que ocorrem na queima de produtos cerâmicos são heterogêneas, ou seja, há uma interface entre as fases reagentes. Para que uma reação ocorra deve haver transporte de matéria até a interface de reação, deve haver reação química na interface e eliminação dos produtos de reação a partir desta interface.

Como as reações químicas liberam ou absorvem calor, há mudança de temperatura na interface de reação, o que limita a velocidade do processo (que é determinada pela velocidade da etapa mais lenta). A cinética das reações é limitada pela velocidade de reação na interface, transporte de matéria e fluxo de calor [2, 5, 7].

Na reação entre componentes sólidos intimamente ligados forma-se uma camada de produto sobre as partículas dos reagentes e, com o aumento da espessura desta camada a velocidade de transporte de matéria diminui, devido a maior distância que as espécies que se difundem devem percorrer, obedecendo às leis de difusão de Fick.

Quando um corpo heterogêneo de argila é queimado, encolhe e torna-se duro. Um exame ótico mostra que na maioria das vezes o corpo amolece e distribui-se, cercando os

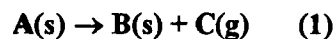
grãos mais refratários, dissolvendo-os parcialmente e mantendo-os unidos por forças capilares e de tensão superficial. No resfriamento, esta porção geralmente forma uma matriz vítrea, mas parte desta pode cristalizar-se, resultando em cristais entrelaçados com as partículas mais refratárias. Uma investigação mais minuciosa das porções que não se fundiram mostra que estas não são idênticas ao material de partida, i.e., sofreram mudanças de forma, tamanho, estrutura e composição. Além disso, óxidos puros e misturas contendo componentes não fusíveis sofrem mudanças consideráveis no aquecimento a temperaturas bem abaixo de seu ponto de fusão.

As mudanças e reações no estado sólido podem ser mudanças que não alteram a composição química, p.e., inversões rápidas de baixa e alta temperatura (formas α e β dos polimorfos da sílica, envolvendo apenas mudanças de ângulos das ligações e pequenos ajustes das distâncias interatômicas) e mudanças lentas de um polimorfo a outro (existência de um polimorfo fora de sua temperatura de equilíbrio, envolvendo quebras de ligações químicas e rearranjos de átomos); ou mudanças alterando a composição química de fases individuais, p.e., formação de soluções sólidas, reações químicas e reações reversíveis.

As reações entre sólido-líquido estão presentes tanto na fabricação de produtos cerâmicos quanto na utilização de alguns destes produtos (como por exemplo na corrosão de refratários por escórias fundidas), havendo presença de fase líquida, e a reação avança com o aumento de concentração da espécie que se dissolve, difundindo-se desde a interface até o interior da fase líquida. A velocidade de reação é controlada pelo transporte de matéria pela fase líquida, podendo ser por difusão molecular e convecção natural ou forçada. [2, 4] Os processos que ocorrem por difusão molecular são governados pelas mesmas leis que regem as reações sólido-sólido, sendo um exemplo a dissolução de partículas de quartzo pela fase líquida durante a queima de um produto cerâmico.

Na queima de um produto compactado as reações gás sólido ocorrem no interior da peça, pois o compactado apresenta uma textura menos permeável aos gases do que em produtos pulverulentos, e as diversas espécies presentes nas massas cerâmicas podem modificar a velocidade de determinado processo (por exemplo, as reações de oxidação e calcinação). As reações gás-sólido, que geralmente ocasionam defeitos de fabricação se não controladas [7], podem ser de dois tipos.

a - Reações de calcinação e de desidratação : Nas reações de calcinação de carbonatos e desidratação de hidróxidos e minerais argilosos um reagente sólido **A** decompõe-se em um produto sólido **B** e um gasoso **C**, segundo a equação geral :



O processo de calcinação compreende as seguintes etapas consecutivas de transporte de matéria :

- reação química na interface de reação (gás-sólido);
- difusão de gás desde a interface de reação até a superfície da partícula;
- transferência de gás da superfície da partícula ao interior do forno.

Para que ocorra a reação há necessidade de troca de calor (energia de ativação) entre as espécies (gás e sólido), e a etapa controladora do processo, que rege sua velocidade, é dependente da temperatura, pressão, tamanho de partícula e continuidade da reação.

b - Combustão de matéria orgânica : A oxidação de matéria orgânica é uma reação gás-sólido típica. As etapas da reação são as seguintes (figura 9) :

- transporte de O_2 da atmosfera do forno à superfície da peça;
- difusão de O_2 desde a interface gás-sólido até a superfície que limita a região da reação química;
- reação química na superfície de reação;

- difusão dos produtos gasosos da superfície de reação à interface gás-sólido;
- transferência dos óxidos gasosos da interface à atmosfera do forno, observando-se que a velocidade de transporte de gases (reagentes e produtos) e de oxidação é muito maior que a velocidade de difusão gasosa através do sólido oxidado, possibilitando a formação de coração negro pelo aprisionamento de óxidos gasosos [5].

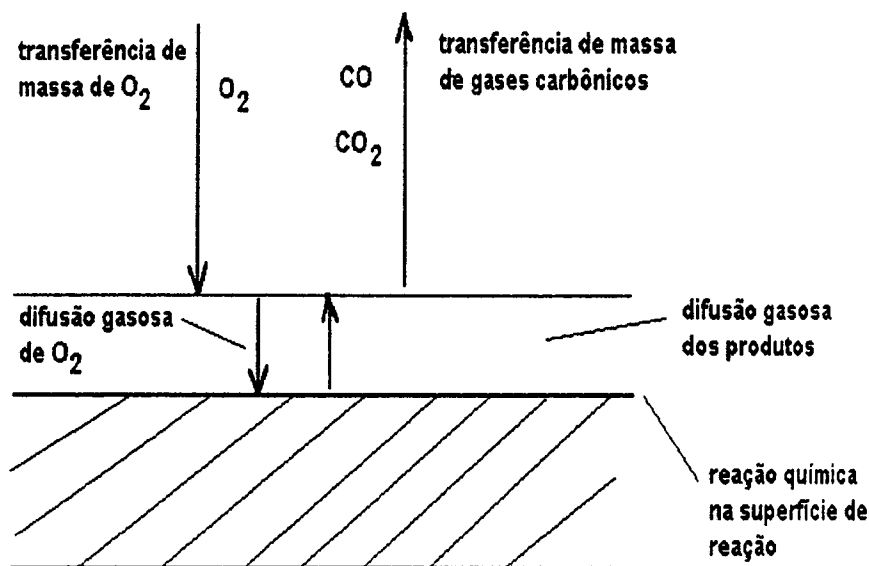


Figura 9. Mecanismo de oxidação de coração negro.

Sinterização com presença de fase líquida

Em sistemas cerâmicos ocorre vitrificação, processo de sinterização com presença de fase líquida viscosa, que contribui para reduzir a porosidade na queima de produtos cerâmicos tradicionais [5]. Na queima destes produtos há formação de uma fase viscosa que engloba as partículas mais refratárias, tendendo a aproximá-las, aumentando a retração e reduzindo a porosidade do produto. Este efeito é devido às forças de tensão superficial criadas pelos finos poros da peça - efeito de capilaridade (figura 10). A quantidade e viscosidade da fase vítrea deve ser suficiente para permitir uma densificação apropriada com um ciclo de queima com tempo e temperatura os mais baixos possíveis, sem que a peça sofra deformações.

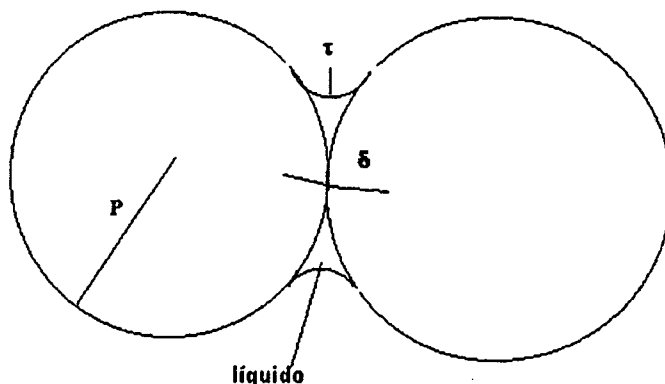


Figura 10. Superfície de uma composição sólido-líquido com quantidades variáveis de fase líquida [5].

Um exemplo que ilustra a cinética de sinterização com fase líquida pode ser dado pela expressão analítica para o tempo de sinterização na etapa final do processo, considerando poros esféricos e de igual tamanho :

$$t(s) = 1,5 \frac{r_0 \eta}{\sigma} \quad (2)$$

onde r_0 é o raio inicial das partículas, η a viscosidade e σ a tensão superficial [5].

A tensão superficial normalmente não causa problemas ao processo, pois tem pequena variação com a mudança de composição do sistema (uso de outros componentes); o tamanho de partículas (função de r_0) tem grande efeito na cinética de sinterização, devendo ser estreitamente controlado; a viscosidade é a variável que mais afeta o controle do processo de sinterização, devido sua rápida variação com a temperatura. Como exemplo, para um vidrado à base de silício-sódio-cálcio a viscosidade varia em um fator de 10^9 em uma faixa de 100°C .

Como uma viscosidade muito baixa provoca grandes deformações devido às forças de gravidade atuantes, é necessário utilizar-se materiais com partículas muito finas e uniformemente distribuídas, para que as forças de atração entre as partículas devidas à tensão superficial sejam maiores que as tensões devidas à gravidade.

Os sistemas integrados por silicatos e sílico-aluminatos formam uma fase viscosa à temperatura de queima, sendo que a densificação ocorre por mecanismo de fluxo viscoso devido à pressão capilar gerada pelos finos poros da peça. É necessário conhecer-se a quantidade de fase líquida presente e suas propriedades.

Nestes tipos de massas, à base de silicatos e sílico-aluminatos, com partículas extremamente finas dispersas na fase líquida, a viscosidade da fase é apreciavelmente aumentada, tornando a viscosidade do sistema mais elevada que a viscosidade de uma fase líquida pura, que já é muito viscosa por ser constituída por silício (que tem reduzida solubilidade na fase líquida). Nestes sistemas o mecanismo de transporte de matéria passa a ser por fluxo plástico e não mais por fluxo viscoso [5, 7].

Em resumo, a viscosidade do sistema determina a velocidade de vitrificação, sendo dependente da viscosidade e quantidade de fase líquida. A influência da temperatura no controle do processo é muito mais marcante que a influência do tempo, pois com o aumento da temperatura aumenta o conteúdo da fase líquida e diminui sua viscosidade.

Diagramas de gresificação

O termo grês denomina materiais cerâmicos de estrutura compacta, caracterizados por uma fase cristalina imersa em uma fase vítrea dominante [10].

A absorção de água (diretamente relacionada com a porosidade aberta) e a retração linear são duas propriedades facilmente determináveis em massas cerâmicas, sendo geralmente utilizadas para a construção dos diagramas de gresificação e para a definição do intervalo de queima dos produtos cerâmicos.

O diagrama de gresificação permite determinar a temperatura de queima e o intervalo de temperaturas em que a porosidade aberta tende a se anular (e a retração linear a permanecer constante), o que coincide com os valores ótimos de resistência mecânica. Um reduzido intervalo de queima (caso típico de grês vermelho, largamente fabricado na Espanha) torna difícil estabelecer as condições de queima destes produtos, resultando que pequenas variações na temperatura de queima podem produzir defeitos nas peças (figura 11).

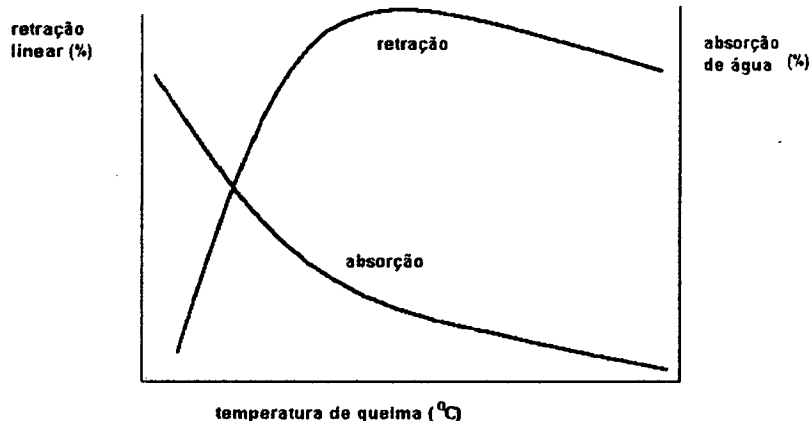


Figura 11. Diagrama de gresificação [10].

Para a obtenção de um diagrama de gresificação deve-se determinar no mínimo duas propriedades, ou seja a retração linear ou a densidade aparente e a absorção de água, em diferentes temperaturas de queima. Os corpos de prova devem ser representativos das condições industriais, quanto ao método de preparação (moagem, pressão de compactação, etc.), pois estes fatores afetam em muito a construção dos diagramas.

A gresificação depende fundamentalmente das características próprias das matérias primas (composição química e mineralógica, granulometria, etc.) e é afetada pelo processo de fabricação (moagem, compactação e ciclo de queima), assim, o conhecimento do modo como tais fatores influenciam na gresificação (ou vitrificação) dos corpos cerâmicos permite à obtenção de um produto dimensionalmente adequado a um custo mais baixo e com menor consumo energético.

CAPÍTULO 3

TÉCNICAS DE TAGUCHI

3.1. HISTÓRICO

Quando o Japão começou seus esforços de reconstrução após a II Guerra Mundial encontrava-se com carência de matérias primas de boa qualidade, de ferramental adequado e moderno e de engenheiros experientes [11]. A grande mudança seria produzir produtos de alta qualidade e continuar a aumentá-la sob aquelas circunstâncias. A tarefa de desenvolver uma metodologia que ocasionasse esta mudança havia sido entregue ao Dr. Genichi Taguchi, na época um gerente de desenvolvimento da NTT (Nippon Telephone and Telegraph Company). Através de sua pesquisa nos anos 50 e no início dos anos 60, Taguchi desenvolveu os fundamentos de Projeto Robusto e validou suas filosofias básicas aplicando-as no desenvolvimento de muitos produtos. Um produto é dito robusto quando sua sensibilidade à variação das condições de fabricação e/ou utilização é a menor possível. Assim, para um Produto Robusto pode-se empregar grandes tolerâncias de fabricação, utilizar materiais ou componentes de qualidade mais baixa e submetê-lo a um ambiente de utilização mais agressivo. A aplicação de Projeto Robusto em uma grande variedade de problemas foi um fator importante no rápido crescimento industrial e subsequente domínio do mercado internacional de vários produtos japoneses.

O Projeto Robusto utiliza muitas idéias das técnicas de Projeto Experimental Estatístico para planejar experimentos e obter informação dependente de variáveis envolvidas na tomada de decisões de engenharia. A ciência de Projeto Experimental Estatístico originou-se com o trabalho de Sir Ronald Fisher na Inglaterra dos anos 20. Fisher encontrou os princípios básicos de projeto experimental e a técnica de análise de dados associada chamada Análise de Variância (ANAVA) durante seus esforços para aumentar o rendimento de colheitas. Vários tipos de matrizes são usadas para planejar experimentos no estudo de muitas variáveis simultaneamente e, entre elas, o Projeto Robusto faz uso dos arranjos ortogonais.

O Projeto Robusto dá uma nova dimensão para o Projeto Experimental Estatístico, no que diz respeito aos seguintes aspectos :

- Como reduzir economicamente a variação da função de um produto no meio ambiente do consumidor. (Mantendo-se a função de um produto consistentemente em sua meta maximiza-se a satisfação do consumidor.)
- Como assegurar que as decisões ótimas encontradas durante os experimentos de laboratório serão também ótimas na manufatura e no meio ambiente do consumidor.

O método de Projeto Robusto ainda está evoluindo. Com as atuais pesquisas em desenvolvimento nos EUA, Japão e outros países, espera-se que as aplicações do método e o método em si cresçam rapidamente na década de 90, como demonstram alguns trabalhos analisando e questionando as ferramentas utilizadas por Taguchi em seu método [12,13].

3.2. PROJETO ROBUSTO

Projeto robusto é uma metodologia de engenharia desenvolvida por Genichi Taguchi para melhorar a produtividade durante a fase de pesquisa e desenvolvimento, com o objetivo de se obter produtos de alta qualidade produzidos rapidamente e a baixo custo [11].

Para este fim, são utilizadas idéias de Projeto Experimental Estatístico com objetivo de reduzir a variação da função de um produto no ambiente do consumidor e de assegurar que as decisões ótimas encontradas em experimentos de laboratório se repitam na manufatura e no ambiente do consumidor.

Na definição de qualidade ideal, segundo Taguchi, todo produto deve atingir seu objetivo (sua performance) a cada vez que é utilizado, sob todas as condições de operação pretendidas e através de toda sua vida útil, sem efeitos colaterais prejudiciais.

O nível de qualidade de um produto é medido em termos da perda econômica para a sociedade a partir da variação funcional e dos efeitos colaterais prejudiciais causados. Para isto, define-se os custos principais na entrega de um produto como sendo :

- Custos de operação - energia, controle ambiental, manutenção, inventário de peças de reposição...
- Custos de manufatura - equipamento, matérias primas, trabalho, sobras...
- Custos de pesquisa e desenvolvimento - tempo gasto para desenvolver um novo produto mais os recursos de laboratório e de engenharia necessários.

O fundamento principal de **Projeto Robusto** resume-se a melhorar a qualidade de um produto minimizando os efeitos que causam variação desta qualidade sem entretanto eliminá-los, através da otimização dos projetos de produto e processo, tornando a performance pouco sensível às várias causas da variação.

As ferramentas utilizadas em projeto robusto são a razão sinal ruído, que mede a qualidade, e os arranjos ortogonais, usados para estudar vários parâmetros de projeto simultaneamente.

O **Projeto Robusto** é aplicado em virtualmente todos os campos de engenharia e aplicações financeiras.

3.3. PRINCÍPIOS DE ENGENHARIA DE QUALIDADE

A Engenharia de Qualidade está relacionada com a redução da perda de qualidade (que é o custo incorrido após a venda de um produto) e com a redução do custo da unidade de manufatura (umc - *unit manufacturing cost*, o custo incorrido na fabricação do produto).

A fração defeituosa é uma medida da qualidade, segundo Taguchi, mal definida e incompleta. Afirma que todos os produtos que encontram os limites de especificação são igualmente bons, enquanto aqueles que estão fora dos limites são igualmente ruins. Na prática, a qualidade torna-se progressivamente pior no momento em que a resposta do produto se desvia do valor objetivo (META).

É comum medir-se a qualidade em termos da fração do número total de unidades que são defeituosas. O erro cometido é que, do ponto de vista do consumidor, os produtos que ligeiramente atingem as especificações são tão bons ou tão ruins quanto aqueles que ligeiramente ultrapassam as especificações. Na verdade, o produto cuja resposta está exatamente no objetivo (meta) fornece a melhor performance.

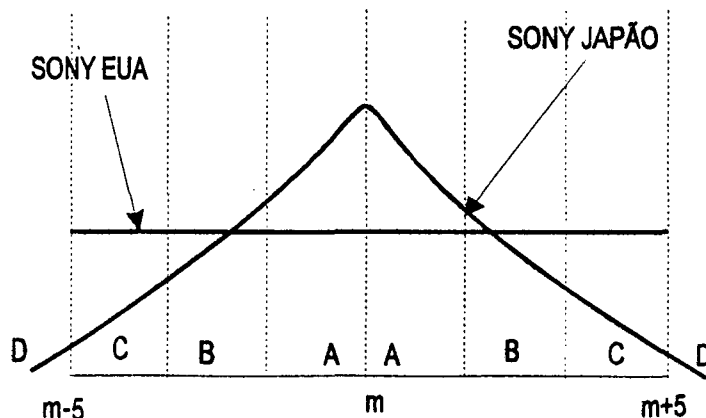


Figura 12. Distribuição de densidade de cores em aparelhos de televisão.

Como um exemplo clássico [11], no final dos anos 70 os consumidores americanos mostravam preferência pelos televisores fabricados pela Sony japonesa em relação aos fabricados pela Sony americana. A razão citada no estudo era a qualidade. Entretanto, ambas fábricas produziam televisores usando projetos e tolerâncias idênticos. Qual a razão na diferença de qualidade? A resposta estava na distribuição de densidade de cores dos aparelhos fabricados pelas duas fábricas. Na figura 12, m é a densidade de cores objetiva (meta) e $m \pm 5$ são os limites de tolerância (desvios de fabricação permitidos). A distribuição da fábrica Sony do Japão era praticamente normal com média no objetivo (meta) e desvio padrão de 5/3. A distribuição da Sony americana era praticamente uniforme na faixa de $m \pm 5$. Entre os aparelhos embarcados pelo Japão, cerca de 0,3 % estavam fora dos limites de tolerância, enquanto virtualmente nenhum dos aparelhos fabricados nos EUA excederam os limites de tolerância. Assim, a diferença na preferência do consumidor não poderia ser explicada em termos da fração defeituosa dos aparelhos (figura 12).

A diferença percebida na qualidade torna-se clara quando se olha para os aparelhos que encontraram os limites de tolerância. Aparelhos com densidade de cores muito próximas a m têm melhor performance e podem ser classificados como classe A. Assim que a densidade de cores desvia-se de m , a performance torna-se progressivamente pior, como indicado na figura pelas classes B e C. É claro que os aparelhos produzidos pela Sony japonesa eram muito mais classe A que classes B ou C quando comparados a Sony americana. Assim, a média das classes dos aparelhos produzidos pela Sony japonesa era melhor. Em resumo, a diferença na percepção de qualidade do consumidor era o resultado de que a Sony americana se preocupava em encontrar as tolerâncias, enquanto a Sony japonesa se preocupava em atingir o objetivo.

Interpretação das tolerâncias de engenharia

Os produtos que não atingem as tolerâncias causam uma perda de qualidade para o fabricante, uma perda visível na forma de refugos ou modificações na fábrica, que o fabricante adiciona ao custo do produto. Entretanto, produtos que atingem as tolerâncias também causam uma perda de qualidade, uma perda que é visível para o consumidor e que pode afetar adversamente as vendas do produto e a reputação do fabricante.

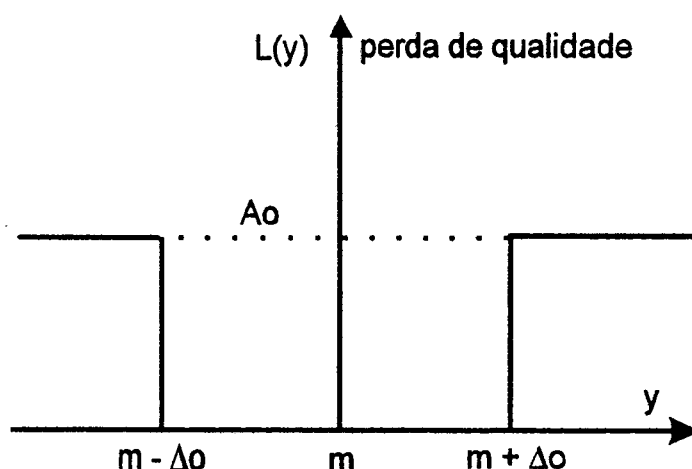


Figura 13. Função perda de qualidade tipo degrau.

As especificações de Engenharia são escritas invariavelmente como $m \pm \Delta_0$. Estas especificações não devem ser interpretadas como significando que qualquer valor na faixa $(m - \Delta_0)$ a $(m + \Delta_0)$ é igualmente bom para o consumidor, e tão logo a faixa seja excedida o produto torne-se ruim.

Em outras palavras, a função

$$L(y) = \begin{cases} 0 & \text{se } |y - m| \leq \varphi_0 \\ A_0 & \text{em caso contrário} \end{cases} \quad (3)$$

é inadequada para quantificar a perda de qualidade. Aqui, A_0 é o custo de reparo ou troca. O uso de uma função perda em degrau como esta leva a problemas equivalentes ao da Sony americana, devendo ser evitada (figura 13).

Função perda quadrática

É uma função simples e compreensível utilizada por Taguchi para aproximação da perda de qualidade. Seja y a característica de qualidade de um produto e m o valor objetivo para y . (A característica de qualidade é a resposta de um produto que é observada para quantificação do nível de qualidade e para a otimização em **Projeto Robusto**). De acordo com a função perda quadrática, a perda de qualidade é dada por

$$L(y) = k(y - m)^2 \quad (4)$$

onde k é uma constante chamada *coeficiente de perda de qualidade* (figura 14). Quando $y = m$ a perda é zero sendo então a inclinação da função perda. Isto é completamente apropriado porque m é o melhor valor para y . A perda $L(y)$ aumenta lentamente quando se está próximo de m ; mas, tão logo se distancie de m a perda aumenta mais rapidamente. Quantitativamente, este é exatamente o tipo de comportamento que se gostaria para a função perda.

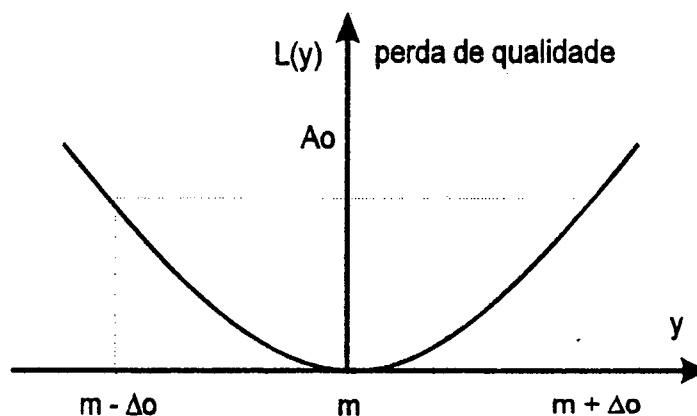


Figura 14. Função perda de qualidade tipo quadrática.

As variações mais comuns da função perda quadrática são :

- tipo nominal é melhor

$$L(y) = \frac{A_0}{\varphi_0^2} (y - m)^2 \quad (5)$$

- tipo menor é melhor

$$L(y) = \frac{A_0}{\varphi_0^2} y^2 \quad (6)$$

- tipo maior é melhor

$$L(y) = A_0 \varphi_0^2 \frac{1}{y^2} \quad (7)$$

onde Δ_0 é o limite da função e A_0 é a perda incorrida no limite da função. Os valores objetivos (meta a ser atingida) da resposta (ou qualidade característica) para os três casos são m , 0 e ∞ , respectivamente.

Característica de qualidade

É a resposta do produto observada para o propósito de avaliar a perda de qualidade ou a otimização do projeto do produto. Ou seja, são as variáveis de determinado produto ou processo, as quais deseja-se estudar. Quando se planeja um experimento ou inspeção deve-se levar em conta um conjunto de variáveis. As variáveis que são selecionadas para um experimento são comumente denominadas **fatores**. Os fatores podem ser divididos em [11, 14] :

- **Fatores de sinal** : Fatores que especificam o valor pretendido da resposta do produto, por exemplo, os bits 0 e 1 transmitidos por um sistema de comunicação. O papel principal de um fator de sinal é no ajuste dos níveis dos fatores de controle; sua interação com um fator de controle é uma fonte de controle - é frequentemente útil na descoberta de produtos estáveis utilizáveis mesmo em condições ruins, tendo amplas condições de tolerância e amplas faixas de aplicação. São fatores de sinal : as várias condições de uso de um artigo, condições de teste (tais como em degradação simulada), tempo de degradação, tipo de artigo, diferenças entre pessoas e aparatos, etc. O desenvolvimento de Projeto Robusto pode ser classificado com base na natureza do fator de sinal e da qualidade característica. Em alguns casos o fator de sinal assume um valor constante - tais problemas são chamados estáticos. Os outros problemas são chamados dinâmicos.
- **Fatores de ruído** : Fatores que não podem ser controlados pelo projetista, cujos níveis mudam de unidade a unidade, de ambiente a ambiente e de tempo em tempo. Somente as características estatísticas podem ser conhecidas ou especificadas, mas os valores reais em certas situações não podem ser conhecidos. Os fatores de ruído causam o desvio da resposta y da meta especificada pelos fatores de sinal e levam à perda de qualidade. Também incluem os fatores cujo controle é difícil ou dispendioso. São divididos em : externos (fatores ambientais e de carga, p.e., número de tarefas executadas simultaneamente e período de tempo em que o produto é utilizado continuamente), variáveis unidade a unidade (não uniformidade na manufatura) e deterioráveis (desgaste e desvio de processo). Todos os demais fatores cujos estados não são medidos e que influenciam os valores experimentais aleatorizados são denominados fatores de ruído ou fatores de erro, ou meramente ruído.
- **Fatores de controle** : Este são fatores selecionados para experimentos, ou seja, uma propriedade que se queira investigar, onde é formado um certo número de níveis e escolhido o melhor. Muitos fatores são fatores de controle; o experimento no qual não há fatores de controle é chamado inspeção. Podem ser especificados livremente pelo projetista. Suas setagens (ou níveis) são escolhidas de modo a minimizar a sensibilidade da resposta do produto a todos fatores de ruído. Quando também afetam o custo do produto são chamados **fatores de tolerância**.

De acordo com Taguchi, obtém-se um produto ou processo robusto quando a resposta é a menos sensível a todos os fatores de ruído. A resposta do produto depende dos valores dos fatores de controle e de ruído através de uma função não linear. A não linearidade resulta em robustez. O **Projeto Robusto** explora a não linearidade inerente da relação entre os parâmetros de processo ou produto, os fatores de ruído e as características de qualidade.

3.4. DELINEAMENTO DE EXPERIMENTOS

Para a obtenção da eficiência na pesquisa experimental são importantes certas decisões, tais como : quais estágios de pesquisa devem ser realizados; quais artifícios são os melhores; se há ou não uma característica de qualidade com monotonicidade [14]. Pode-se chegar a soluções para tais problemas individualmente com a utilização de técnicas próprias. O método denominado

Delineamento de Experimentos é o conjunto de uma técnica geral pela qual aumenta-se a eficiência de aquisição de informação técnica para cada experimento realizado, sendo aplicável a todos os experimentos.

O método de pesquisa por Delineamento de Experimentos (ou também chamado Projeto Experimental Estatístico), pelo qual são estudados simultaneamente os efeitos de vários fatores, principalmente os fatores de controle, tem encontrado progresso considerável. O descobrimento dos arranjos ortogonais como um método de experimentação simultânea com muitos fatores, sem aumentar muito os recursos ou tempo necessários pode-se dizer que revolucionou completamente o método de projeto experimental.

No Delineamento de Experimentos, o grau de influência de cada fonte é decidido quantitativamente e seguramente com base em dados experimentais.

Como selecionar as características de qualidade

É necessário haver uma investigação técnica antes de iniciar um experimento para verificar se as características de qualidade escolhidas não alteram subitamente seu comportamento quando outros efeitos são superpostos, ou seja, para verificar se a monotonicidade ou aditividade de efeitos fatoriais se mantém [14]. Monotonicidade implica em que o efeito de cada fator de controle sobre a robustez deve ser em uma direção consistente, mesmo quando os valores de outros fatores de controle são alterados. Quando não há monotonicidade há interação entre os fatores estudados. Se não há monotonicidade para as características de qualidade, não serão encontradas as melhores condições.

A frequência de mal-funcionamento de máquinas, erro relativo de sistemas de comunicação e calculadoras, distribuição de granulometria, percentagem de rendimento, etc., são em muitos casos dados ilógicos. Em muitos exemplos é muito difícil julgar com base em técnicas próprias se as características de qualidade selecionadas têm monotonicidade. Para Taguchi, torna-se desejável então um método de confirmação para indicar se o caminho que se está seguindo é ou não um labirinto. Pela metodologia Taguchi a avaliação da validade de um experimento é a avaliação da monotonicidade das características de qualidade, onde o uso de arranjos ortogonais é importante porque torna possível a avaliação da monotonicidade das características de qualidade : a monotonicidade pode ser avaliada, quando da análise dos resultados, pela confiabilidade obtida para cada variável estudada, ou seja, para cada fator estudado.

Passos para delineamento (projeto) de um produto ou processo, segundo Taguchi :

- **Projeto Conceitual :** Seleção da arquitetura do produto ou tecnologia do processo [11].
- **Projeto por Parâmetros :** Seleção dos níveis ótimos dos fatores de controle para maximizar a robustez. Durante o Projeto por Parâmetros assume-se grandes tolerâncias em relação aos fatores de ruído e assume-se que podem ser usados componentes e materiais de qualidade mais baixa. Isto é, fixa-se o custo de manufatura a um valor baixo e, sob estas condições, minimiza-se a sensibilidade ao ruído, minimizando-se assim a perda de qualidade. Se ao final do Projeto por Parâmetros a perda de qualidade está dentro das especificações, tem-se um projeto com menor custo e não há necessidade de implementação do Projeto por Tolerâncias.
- **Projeto por Tolerâncias :** Seleção dos valores ótimos dos fatores de tolerância (tipo de material, limites de tolerância) para equilibrar a melhoria na perda de qualidade contra o aumento de umc, o custo de manufatura. É feita uma tentativa para redução na perda de qualidade (devido à variação na performance) com um aumento no custo de manufatura; isto é, as tolerâncias são reduzidas seletivamente e são selecionados materiais de melhor qualidade. O Projeto por Tolerâncias só pode ser efetuado após a sensibilidade ao ruído ter sido minimizada através de Projeto por Parâmetros. Caso contrário, para encontrar-se os menores valores da perda de qualidade, haveria necessidade da especificação, desnecessária, de materiais (e componentes) de alta qualidade, levando a um maior custo de manufatura.

Aplicação de análise de variância para características de qualidade e aplicação da razão SR

Estas, com relação a características de qualidade com aditividade, são as aplicações mais importantes do Delineamento de Experimentos para racionalização da pesquisa, especialmente a análise de variância. Isto deve-se ao fato de que a análise de variância é um método que avalia quantitativamente, a partir de dados de produção, a magnitude dos efeitos que vários processos causam, sendo assim possível o cálculo de uma propriedade qualquer quantitativamente, usando-se a razão SR desenvolvida por Taguchi.

Há também métodos de quantificação, métodos de tratamento para valores perdidos, etc. [14]

Áreas de aplicação de Delineamento de Experimentos

Quando se procura determinar a influência sobre a performance das variáveis (uma ou mais) investigadas, surgem os seguintes casos [14]:

1. Na relação funcional $y = f(a, b, \dots)$ a forma funcional f não é clara ou não é bem compreendida em um certo intervalo de fatores a, b, \dots . Neste caso, determina-se níveis para a, b, \dots nos intervalos que se deseja estudar, e as funções relacionais são expressas por relações e gráficos obtidos por experimentos e construção de protótipos.
2. Embora existam expectativas e suposições sobre a forma da função, esta contém parâmetros desconhecidos e deseja-se estimá-los. O que ocorre é que se faz a estimativa dos parâmetros a partir de valores observados de y para vários valores a, b, \dots utilizando-se, por exemplo, o método dos mínimos quadrados, mas na verdade poder-se-ia considerar prognósticos ou informação sobre os possíveis intervalos dos parâmetros que poderiam ser utilizados. Problemas deste tipo aparecem quando se deseja criar equações e fórmulas teóricas que expressem bem relações em ciências físicas, mas que também aparecem freqüentemente na análise de dados e processos de produção.
3. A função relacional $y = f(a, b, \dots)$ é conhecida. É um problema que aparece freqüentemente em cálculos matemáticos, cálculos de projetos, cálculos de planejamento e similares.

Embora seja possível manipular variáveis contínuas com um computador - como no caso da temperatura, p.e., que é um fator contínuo - cria-se vários níveis discretos e faz-se comparações entre os níveis; mas, se necessário, pode-se expressar a situação por funções contínuas tais como polinômios.

Também ocorre freqüentemente que as variáveis a, b, \dots não são independentes pois os níveis que podem assumir dependem dos níveis de outras variáveis. Há o caso onde a característica de qualidade y é um valor experimental que assume valores contínuos, e há o caso onde assume somente valores tipo integral tais como superior, bom e satisfatório.

Aleatorização da sequência experimental

Aleatorização de experimentos é um método de análise de dados experimentais. Se a aleatorização do experimento não foi executada, deve-se estar atento ao fato de que os dados são analisados na suposição de que existe aleatorização.

No caso de experimentos com dois tipos de amostragem (A_1 e A_2 , por exemplo), em cada caso poderão ser obtidos resultados pobres no início do experimento por causa da falta de prática. Nestes casos, os resultados para as primeiras amostragens serão obtidos sem muita consistência e a comparação não pode ser dita equitativa.

Aleatorização significa que o experimento deve ser efetuado de um modo tal que, se ambos tipos de amostragens forem olhados, as oportunidades para que os experimentos sejam executados sob uma variedade de condições são as mesmas. A falta de aleatorização é uma das principais críticas ao método de Taguchi [13].

Efeito principal e interação

O efeito principal de um fator é o seu efeito separado [11, 14]. Por exemplo, quando se analisa a quantidade de certo aditivo em uma massa cerâmica variando-se os percentuais do componente, o efeito desta variável de estudo - quantidade de aditivo - pode ser influenciado

pelos efeitos de outras variáveis de estudo (chamadas fatores), tais como tipo de aditivo, granulometria, etc. A análise isolada apenas do fator *quantidade de aditivo* chama-se **efeito principal**. Quando o efeito de um fator depende do nível de outro fator ocorre a chamada **interação**. A interação resulta em baixa confiabilidade dos efeitos principais.

Um resultado experimental somente é confiável quando as interações são pequenas em comparação com os efeitos principais. É então importante considerar um método que minimize as interações. Se a interação entre os fatores de controle é grande significa essencialmente que a confiabilidade do resultado experimental é muito reduzida. Se há ou não interação depende menos dos fatores do que se há ou não monotonicidade para os características de qualidade. Somente haverá confiança nos resultados dos experimentos se for possível encontrar-se características de qualidade com monotonicidade.

3.5. INTRODUÇÃO ÀS TABELAS ORTOGONAIS (OU ARRANJOS ORTOGONAIS)

Matriz de Experimentos conduzida por Arranjos Ortogonais

Como o nome sugere, as colunas deste arranjo são mutuamente ortogonais [11, 14]. Neste caso a ortogonalidade é interpretada em um sentido combinatório, i.e., para qualquer par de colunas todas as combinações dos níveis fatoriais ocorrem (e devem ocorrer) um mesmo número de vezes. Esta é a chamada propriedade de balanceamento e implica ortogonalidade. As colunas de um arranjo ortogonal representam fatores a serem estudados e as linhas representam experimentos individuais.

Uma Matriz de Experimentos consiste de um conjunto de experimentos onde os valores de vários parâmetros de produto ou processo a serem estudados são trocados de um experimento a outro. A matriz de experimentos também é chamada de Delineamento de Experimentos; os parâmetros também são chamados de fatores; as séries de parâmetros são chamadas de níveis.

Conduzir o Delineamento de Experimentos usando arranjos ortogonais é uma importante técnica de Projeto Robusto. Permite estimativas mais confiáveis dos efeitos dos fatores com menos experimentos quando comparado aos métodos tradicionais, que utilizam experimentos de um fator a cada vez.

Termos importantes da Matriz de Experimentos :

- Região experimental : Região formada pelos fatores em estudo e seus níveis alternados.
- Níveis de partida : São os níveis utilizados antes de conduzir a matriz de experimentos.
- Efeitos principais dos fatores : São seus efeitos separados.
- Interação : Quando o efeito de um fator depende do nível de outro fator.
- Número de replicação de um nível fatorial : É o número de experimentos (na matriz de experimentos) que são conduzidos naquele nível fatorial.
- Efeito de um nível fatorial : É o desvio que este causa a partir da resposta média global.
- Nível ótimo de um fator : É o nível que resulta na maior razão sinal ruído.
- Modelo aditivo : Também chamado de modelo de superposição ou modelo de variáveis separáveis, é usado para aproximar a relação entre a variável de resposta e os níveis fatoriais. As interações são consideradas erros em um modelo aditivo.

A tabela 2 é denominada **arranjo de distribuição ortogonal $L_8 (2^7)$** ou simplesmente arranjo ortogonal L_8 . As matrizes de experimentos baseadas em arranjos ortogonais são usadas para estudar os efeitos dos fatores de controle e dos fatores de ruído; avaliar a razão sinal ruído; e determinar a melhor qualidade característica ou razão SR para aplicações particulares.

Tabela 2. Arranjo de distribuição ortogonal L₈.

	A	B	C	D	E	F	G
1	1	1	1	1	1	1	1
2	1	1	1	2	2	2	2
3	1	2	2	1	1	2	2
4	1	2	2	2	2	1	1
5	2	1	2	1	2	1	2
6	2	1	2	2	1	2	1
7	2	2	1	1	2	2	1
8	2	2	1	2	1	1	2

O número à esquerda de cada linha é chamado número experimental (tabela 2) ou número de indicação e varia de 1 a 8. Os alinhamentos verticais são designados colunas do arranjo ortogonal e cada coluna consiste individualmente dos números 1 e 2. Desde que as combinações de qualquer coluna são feitas dos números 1 e 2, há quatro possíveis combinações.

Quando cada uma de duas colunas consiste dos números 1 e 2 e as quatro combinações (1 1), (1 2), (2 1) e (2 2) aparecem com a mesma frequência, diz-se que as colunas são balanceadas ou ortogonalizadas. Se duas colunas quaisquer forem selecionadas dentre as sete colunas do arranjo ortogonal L₈, e se forem contados os números de combinações de (1 1), (1 2), (2 1) e (2 2), verificar-se-á que todas são ortogonais.

Para este arranjo ortogonal o número de fatores é no máximo sete, e que cada fator tem dois níveis - neste caso - sendo estes sete fatores chamados A,B,...G, correspondendo às colunas 1 a 7 do arranjo ortogonal L₈ e efetua-se oito variações do experimento sucessivamente (neste ponto decide-se por sorteio com quais combinações iniciar).

Em um outro exemplo clássico da aplicação das Técnicas de Taguchi, na companhia INA SEITÖ (revestimentos e porcelana) foi executado um experimento com a produção de revestimentos em 1953 [14]. Um programa geral do processo produtivo era (figura 15) :

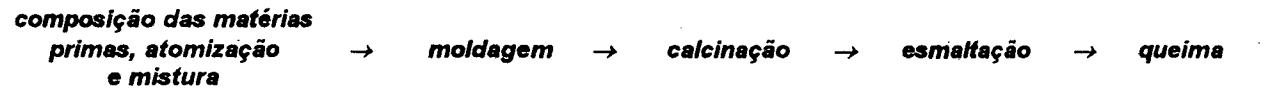


Figura 15. Esquema produtivo da companhia INA SEITÖ

O objetivo do experimento era utilizar a escala de produção em vigência com um moinho de 1 ton., para confirmar conclusões sobre as melhores condições de composição que haviam sido obtidas em um experimento de pequena escala em laboratório, e para substituí-la na produção, uma vez que a confirmação fosse obtida (tabela 3).

Tabela 3. Determinação dos fatores e níveis. Exemplo : Ina Seitö.

fator	primeiro nível	segundo nível
A : quantidade de um certo aditivo	A ₁ = 5 %	A ₂ = 1 % (corrente)
B : granulometria do aditivo	B ₁ = grossa (corrente)	B ₂ = fina
C : quantidade de pirofilito	C ₁ = 43 %	C ₂ = 53 % (corrente)
D : tipo de pirofilito	D ₁ = mistura corrente	D ₂ = X
E : quantidade carregada no moinho	E ₁ = 1300 kg	E ₂ = 1200 kg (corrente)
F : quantidade de chamote	F ₁ = 0 %	F ₂ = 4 % (corrente)
G : quantidade de feldspato	G ₁ = 0 %	G ₂ = 5 % (corrente)

Todos os sete fatores foram relacionados com a composição das matérias primas; um dos níveis era o de uso corrente e o outro nível era aquele predito ser melhor que o corrente, considerando qualidade e custo do produto. Na tabela 3, X indica uma mistura obtida diminuindo-se os pirofilitos do tipo Mitsubishi e Shōkōzan e aumentando-se o Tanigawa em tomo de 10 %.

O fator E relaciona-se preferivelmente à produtividade que à melhoria de qualidade. Se a prática usual de carregar 1200 kg estava para ser alterada para 1300 kg, a produtividade seria incrementada em tomo de 10 % até que não houvesse efeito particularmente adverso na qualidade do produto. No caso de experimentos onde melhoria de produtividade, diminuição de custos, etc., são os objetivos, é necessário utilizar-se fatores que se acredita não influenciarem grandemente a qualidade, mesmo quando há diferenças no custo e na produtividade para os diferentes níveis. De fato, quando se diz que o efeito do experimento (e não o efeito do Delineamento de Experimentos) é de X milhares de dólares em um experimento efetuado em chão de fábrica não seria errado dizer que na maior parte dos casos este efeito deve-se a uma grande diferença em custo se o nível é trocado, apesar de não haver diferença significativa na qualidade do produto.

Os sete fatores listados acima foram distribuídos em um arranjo ortogonal L_8 (2^7). Foram feitos oito tipos de misturas (como indicado nas colunas "conteúdo prescrito do experimento" na tabela 4) e as peças foram compactadas e queimadas em um forno túnel.

Tabela 4. Atribuição de valores ao arranjo ortogonal L_8 . Exemplo : Ina Seitō.

fator	ABCDEFGG	quant. aditivo	granul.	quant. de pirofilito	tipo de pirofilito	carga do moinho	quant. de chamote	quant. feldspato	n°de defeitos
1	1111111	5 %	grossa	43 %	usual	1300 kg	0 %	0 %	16
2	1112222	5 %	grossa	43 %	nova	1200 kg	4 %	5 %	17
3	1221122	5 %	fina	53 %	usual	1300 kg	4 %	5 %	12
4	1222111	5 %	fina	53 %	nova	1200 kg	0 %	0 %	06
5	2121212	1 %	grossa	53 %	usual	1200 kg	0 %	5 %	06
6	2122121	1 %	grossa	53 %	nova	1300 kg	4 %	0 %	68
7	2211221	1 %	fina	43 %	usual	1200 kg	4 %	0 %	42
8	2212112	1 %	fina	43 %	nova	1300 kg	0 %	5 %	26
conteúdo prescrito do experimento									
obs. O número de defeitos refere-se a um total de 100 peças.									

Vê-se que para o experimento nº 1, tabela 4, para cada uma das colunas correspondendo a A, B, C,... G o número no arranjo ortogonal é 1; assim este é um experimento que usa o primeiro nível para cada fator A...G. Em outras palavras, o experimento nº 1 consiste do experimento $A_1B_1C_1D_1E_1F_1G_1$, e se seu conteúdo é escrito explicitamente, mostra que A_1 (o primeiro nível do fator A) significa a introdução de 5 % de um certo aditivo. B_1 indica que a granulometria deste aditivo é grossa; C_1 indica que 43% de pirofilito é introduzido e D_1 diz que a mistura de pirofilito é a correntemente em uso.

Como chamote e feldspato são F_1 e G_1 , é indicado que nenhum dos dois é adicionado, e a quantidade de carga E_1 mostra que deveria ser 1300 kg. Então, o arranjo L_8 indica oito tipos específicos de experimentos necessários para comparar-se nitidamente a superioridade ou inferioridade de A_1 e A_2 , o mesmo ocorrendo para cada um dos outros pares de níveis. 100 peças foram selecionadas dos produtos feitos sob cada um dos oito tipos de condições. O número de peças entre as cem que não obtiveram grau 1 foram as indicadas pelos dados no lado direito da tabela. Quando compara-se A_1 e A_2 , compara-se o número total de defeitos nos experimentos números 1,2,3 e 4, conduzidos com A_1 , e o número total de defeitos nos experimentos números 5,6,7 e 8, conduzidos com A_2 . Se estes totais são expressos como A_1 e A_2 , tem-se

$$A_1 = 16 + 17 + 12 + 6 = 51 \text{ e } A_2 = 6 + 68 + 42 + 26 = 142$$

(8)

portanto, comparando-se as frações de defeitos de A_1 e A_2 , divide-se os valores por 4 e obtém-se

$$A_1 = 12,75\% \text{ e } A_2 = 35,50\% \quad (9)$$

isto mostra que se a quantidade do aditivo é alterada da usual $A_2=1\%$ para $A_1=5\%$, a fração de defeitos decresce de 35,5% para 12,75%. O mesmo deve ser feito para outros fatores.

O próximo passo é a análise do porquê tais experimentos são recomendados a partir de arranjos ortogonais.

Objetivo do experimento por arranjo ortogonal, segundo Taguchi

A análise entre qual de dois tipos de métodos de produção (p.e., entre A_1 e A_2) é melhor para a qualidade, rendimento, etc. (quando a quantidade de certo aditivo é 5% ou 1%, por exemplo) é chamada de **efeito fatorial**. Se não há efeito fatorial isto significa que não há diferença na qualidade ou rendimento do artigo produzido entre A_1 e A_2 . Necessariamente não é obrigatória a resolução do arranjo ortogonal L_8 para estimar por meio de um experimento os efeitos fatoriais dos sete fatores A, B, \dots, G .

Como exemplo, o método descrito na tabela 5 foi freqüentemente usado no passado [14, 15]:

Tabela 5. Arranjo por Técnica de Combinação

fator	A	B	C	D	E	F	G
1	1	1	1	1	1	1	1
2	2	1	1	1	1	1	1
3	2	2	1	1	1	1	1
4	2	2	2	1	1	1	1
5	2	2	2	2	1	1	1
6	2	2	2	2	2	1	1
7	2	2	2	2	2	2	1
8	2	2	2	2	2	2	2

Este é um método no qual, na comparação de casos onde a quantidade do aditivo é 1% e quando é 5%, fixa-se os fatores B, C, \dots, G em um grupo específico de condições tais como $B_1, C_1, D_1, E_1, F_1, G_1$. Tal método é denominado **Projeto de Combinação ou Técnica de Combinação**. Quando é executado como na tabela, altera-se por meio de troca somente o nível de um fator em cada corrida de experimentos, e toma-se muito mais fácil conduzir o experimento que no caso do arranjo ortogonal L_8 . A distribuição por arranjo ortogonal é recomendada em vez desta pelas razões explicadas a seguir [14].

No método de experimentação por Técnica de Combinação, quando compara-se os dois níveis A_1 e A_2 os outros fatores B, C, \dots, G são todos fixos em um nível específico, como o primeiro nível por exemplo. Normalmente a diferença entre A_1 e A_2 tem uma precisão muito boa se o experimento é feito deste modo. Mas comparando-se A_1 e A_2 por uma distribuição que produzirá o efeito médio (então chamado efeito principal) de A_1 e A_2 com combinações variadas de níveis de outros fatores (como no caso de um experimento por arranjo ortogonal), é necessário despendar menos tempo e menos trabalho nos experimentos de modo a mudar suas condições simultaneamente, porém normalmente as variações dos dados entre experimentos também tomam-se grandes.

Na avaliação dos efeitos de dois níveis por um arranjo ortogonal compara-se a média dos dados de quatro corridas de experimentos designados 1,2,3 e 4 executados sob as condições do primeiro nível, e a média de quatro corridas de experimentos designados 5,6,7 e 8 executados sob as condições do segundo nível. Embora a precisão de cada jornada experimental possa ser pobre, desde que compara-se as médias dos dados de quatro jornadas a cada vez, a precisão não é necessariamente ruim em uma comparação dos dois níveis. Mas não há uma garantia em lugar algum de que a precisão de comparação é boa.

A razão de se utilizar arranjos ortogonais repousa no fato de que se atribui significado a efeitos fatoriais de alta reprodutibilidade. Especificamente, em um experimento por arranjo ortogonal para investigar a diferença de dois níveis, visa-se o efeito médio, quando são variados os níveis dos outros fatores. Em consequência, quando a influência do primeiro e segundo níveis sobre os valores experimentais mantêm-se consistente mesmo se as condições dos outros fatores mudam, esta influência parecerá grande, mas quando o efeito da diferença entre os níveis reverte ou muda enormemente acompanhando mudanças nas condições dos outros fatores, o efeito parecerá pequeno.

Em outras palavras, desde que somente aqueles fatores que têm um efeito consistente (mesmo quando as condições dos outros fatores diferem) são considerados como tendo um grande efeito quando executa-se um experimento por arranjo ortogonal, tais fatores têm um peso grande.

Por outro lado, em um Projeto por Combinação a diferença entre os níveis é estimada de dados que são obtidos mantendo-se constantes as condições dos outros fatores, assim não importa quão boa seja a precisão com que este efeito seja estimado, pois este efeito será corrigido para o caso quando as condições dos outros fatores estão em seus níveis fixos, mas não há garantia de que o efeito subsistirá consistentemente se as outras condições dos fatores mudam. Então, se muda a pessoa que conduz o experimento ou se mudam o material, a escala ou as condições de operação, torna-se questionável se os resultados obtidos em Projeto por Combinação são válidos ou não.

Com frequência ouve-se que experimentos conduzidos por arranjos ortogonais tomam possível aplicar os resultados de experimentos obtidos em escala de laboratório para a produção. Isto é porque um efeito fatorial que é consistente (mesmo quando as condições dos outros fatores mudam) tem uma boa chance de ser reproduzido, mesmo quando a condição de escala muda.

3.6. ANÁLISE DE VARIÂNCIA (ANAVA)

Visto que a variação abrange grande parte da discussão referente à qualidade, usa-se o método estatístico da Análise de Variância (ANAVA) para interpretar os dados experimentais e tomar decisões necessárias [16]. A ANAVA é uma ferramenta de decisão estatisticamente formulada para detectar quaisquer diferenças no desempenho médio da série de amostras testadas. A decisão leva em consideração a variação.

Como exemplo, suponha-se uma amostra de bombas de limpadores de pára-brisas onde o propósito é a medida da vazão (taxa de fluxo). Os dados amostrados encontram-se na tabela 6.

Tabela 6. Exemplo de aplicação da ANAVA. Bomba de vazão.

Vazão da bomba de baixa capacidade								
bomba nº	1	2	3	4	5	6	7	8
vazão de fluxo, ml/min	10	12	16	4	10	8	8	12

A ANAVA consiste de uma técnica matemática que decompõe origens que justificam a variação total; a variação total é decomposta em seus componentes apropriados. A ANAVA sem fator, o caso mais simples, reduz a variação total a apenas dois componentes, que são :

- 1. Variação da média de todos os valores observados referentes a zero.
- 2. Variação dos valores observados individuais em torno da média (tradicionalmente designada como erro experimental).

A simbologia utilizada é :
y = observação, efeito, dados
y_i = i-ésima resposta
N = número total de observações

T = somatória de todas as observações

T_m = média de todas as observações = $T/N = y_m$

Neste caso,

$$N = 8 \quad T = 80 \quad T_m = 10 \text{ ml/min} \quad (10)$$

A palavra observação contém significado distinto. A taxa real de fluxo de qualquer bomba é desconhecida : ela somente é estimada através de utilização de medidor de fluxo. Haverá algum erro de medição desconhecido, mas em qualquer caso uma taxa de fluxo será examinada e aceita de acordo com o desempenho da bomba durante o teste. Além do mais, as bombas foram selecionadas casualmente de uma linha de produção que fabrica ostensivamente bombas idênticas (ou deveriam ser); contudo, surgem pequenas diferenças de bomba para bomba que são responsáveis por parte da variação de desempenho.

A ANAVA pode ser representada graficamente, através de um diagrama dos dados. A magnitude de cada observação pode ser representada por um segmento de linha que se estende do zero à observação. Estes segmentos podem ser divididos em duas partes : uma atribui-se à média e outra ao erro. O erro inclui os erros de medição mais os efeitos das características da bomba, que variam de bomba para bomba - são os fatores de ruído. A magnitude do segmento de linha devido à média é indicada estendendo uma linha do valor médio para zero. A grandeza do segmento de linha devida ao erro é indicada pela diferença do valor médio de cada observação.

Observar que a somatória dos segmentos de linha devidos à medida é igual a 80, que também é a somatória dos valores não manipulados observados. A somatória dos valores de erro em torno da média é igual a zero. Como isto não contém muita informação, através de manipulação matemática as grandezas de cada um dos segmentos de linha podem ser elevadas ao quadrado e somadas, fornecendo a média da variação total existente. A soma total dos quadrados (variação total) computada é :

$$SQ_T = \text{somatório total dos quadrados} \quad (11)$$

$$SQ_T = 10^2 + 12^2 + 16^2 + 4^2 + 10^2 + 8^2 + 8^2 + 12^2 \quad (12)$$

$$SQ_T = 888 \quad (13)$$

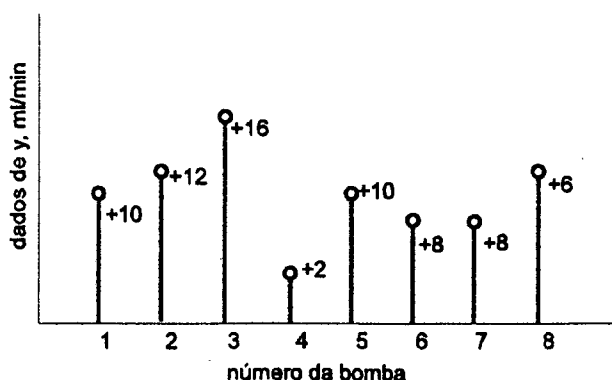


Figura 15. Variação total do desempenho da bomba de baixa capacidade.

A magnitude da parte do segmento de linha referente à média também pode ser elevada ao quadrado e somada; a variação devida à média computada é :

$$SQ_m = \text{somatório dos quadrados referentes às médias} \quad (14)$$

$$SQ_m = N T_m^2 \quad \text{mas } T_m = T/N \quad (15)$$

$$SQ_m = N (T/N)^2 = T^2/N \quad (16)$$

$$SQ_m = 80^2/8 = 800 \quad (17)$$

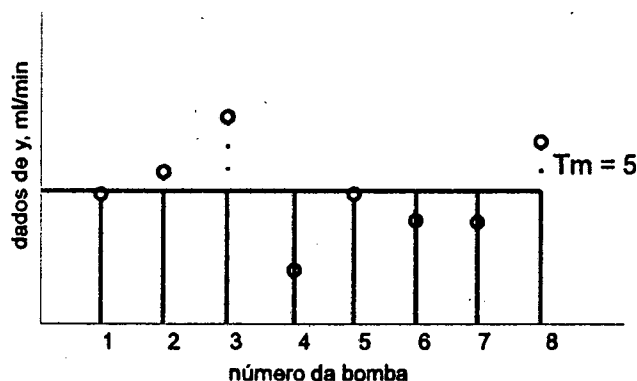


Figura 16. Variação devido à média do desempenho da bomba de baixa capacidade.

A parte da grandeza devida ao erro pode ser elevada ao quadrado e somada, para fornecer a medida de variação em torno do valor médio. A variação decorrente do erro é :

$$SQ_e = \text{erro nas somas dos quadrados} \quad (18)$$

$$SQ_e = 0^2 + 2^2 + 6^2 + (-6)^2 + 0^2 + (-2)^2 + (-2)^2 + 2^2 \quad (19)$$

$$SQ_e = 88 \quad (20)$$

$$\text{observando que } 888 = 800 + 88 \quad (21)$$

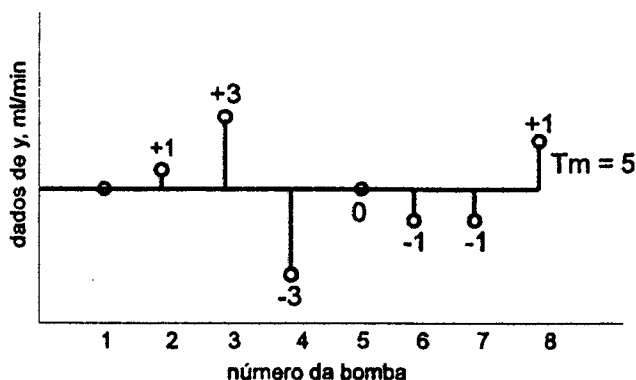


Figura 17. Variação devido ao erro do desempenho da bomba de baixa capacidade.

Isto demonstra uma propriedade básica da ANAVA : A soma quadrática total é igual ao somatório das somas quadráticas dos componentes conhecidos. No caso

$$SQ_T = SQ_m + SQ_e \quad (22)$$

Neste método, a variação total pode ser decomposta em duas origens, com a fração apropriada dividida para cada origem. As fórmulas genéricas para a soma de quadrados são :

$$SQ_T = \sum_{i=1}^N y_i^2 \quad \text{que é a soma dos quadrados das observações de } i = 1 \text{ a } N \quad (23)$$

$SQ_m = T^2/N$ que é a soma dos quadrados da fração referente à média de $i = 1$ a N (24)

$SQ_e = \sum_{i=1}^N (y_i - T_m)^2$ que é a soma dos quadrados das diferenças provenientes da média (25)

Graus de liberdade : Um grau de liberdade, no sentido estatístico, está associado a cada parcela de informação que é estimada dos dados. A média é estimada de todos os dados e exige um grau de liberdade para este propósito. Cada comparação independente que pode ser feita com os dados corresponde a um grau de liberdade (gl). Somente uma comparação pode ser feita entre a média de todos os dados e zero, o ponto de referência - por exemplo, 10 ml/min somente tem sentido se considerado em termos do ponto de referência de 0 ml/min. Este conceito também se aplica aos graus de liberdade associados à estimativa do erro.

O somatório dos graus de liberdade pode ser feito de modo similar às somas quadráticas. Sendo gl_T os graus de liberdade totais, gl_m os graus de liberdade associados à média (sempre 1 gl) e gl_e os graus de liberdade associados ao erro, tem-se

$gl_T = gl_m + gl_e$ (26)

O total dos graus de liberdade equivale ao número total de observações na série de dados - para este método da ANAVA (ANAVA sem fator).

Variância do erro : A variância do erro, geralmente designada como variância, é igual à soma dos quadrados do erro dividido pelos graus de liberdade para o erro. Assim

$V_e = Sq_e / gl_e$ (27)

Por definição, o desvio padrão σ é igual à raiz quadrada da variância

$\sigma = V^{1/2}$ (28)

A variância do erro é a medida da variação devida a todos os parâmetros fora de controle, incluindo o erro de medição envolvido em um determinado experimento (a série de dados coletados).

No exemplo citado, a ANAVA sem fator resume-se a :

Tabela 7. Resumo da ANAVA sem fator. Exemplo : bomba de vazão.

ANAVA sem fator para a vazão da bomba				
fonte	SQ	gl	V	S
média	800	1		
(erro)	88	7	12,6	3,5
total	888	8		

3.7. RAZÕES SINAL RUÍDO (SR)

A função perda quadrática é ajustada idealmente para a avaliação do nível de qualidade de um produto com base no modo como ele é entregue ao consumidor por um fornecedor [11, 14]. Tem tipicamente dois componentes : um relacionado ao desvio da função produto de sua meta, e outro relacionado à sensibilidade aos fatores de ruído.

A razão SR desenvolvida por Genichi Taguchi é um previsor da perda de qualidade, após certos ajustes simples, da função do produto. Ela isola a sensibilidade da função do produto aos fatores de ruído. Em Projeto Robusto utiliza-se a razão SR como a função objetivo a ser maximizada.

Os benefícios do uso da razão SR para a otimização do projeto de um produto ou processo são as seguintes :

- A otimização não depende da função objetivo média. Assim, o projeto pode ser reutilizado em outras aplicações onde o objetivo seja diferente.
- O projeto de subsistemas ou de componentes pode ocorrer em paralelo. As especificações da função média dos subsistemas ou dos componentes pode ser alterada posteriormente durante a integração do projeto sem afetar adversamente a sensibilidade aos fatores de ruído.
- A aditividade dos efeitos fatoriais é boa quando utiliza-se uma razão SR adequada. Por outro lado, podem ocorrer grandes interações entre os fatores de controle, resultando em alto custo de experimentação e resultados potencialmente não confiáveis.
- A produtividade global da atividade de desenvolvimento é melhorada.

Os problemas de Projeto Robusto podem ser divididos em duas classes gerais : problemas estáticos, onde o valor objetivo para a característica de qualidade é fixo, e problemas dinâmicos, onde espera-se que a característica de qualidade siga o fator de sinal.

Para os problemas onde o fator de ajuste não existe, a otimização é feita simplesmente maximizando-se a razão SR.

Para os problemas onde o fator de ajuste existe, o problema pode ser especificado genericamente como minimizar a sensibilidade aos fatores de ruído enquanto mantém-se a meta da função média. Usando-se a razão SR, estes problemas podem ser convertidos em problemas de otimização não obrigatória e resolvidos pelo seguinte procedimento de duas etapas :

- 1 - Maximizar a razão SR, sem se preocupar com a função média.
- 2 - Ajustar a média ao alvo (objetivo) usando fatores de ajuste.

Segundo Taguchi, é importante a capacidade de predizer o efeito combinado dos vários fatores de controle a partir do conhecimento dos efeitos dos fatores de controle individuais. Isto pode ser feito usando a escala decibel, que melhora a aditividade dos efeitos fatoriais. Pela minimização da sensibilidade aos fatores de ruído consegue-se a maximização de η , a razão sinal ruído, que é dada por :

$$\eta = -10 \log(L(y)) \quad (29)$$

onde a função perda de qualidade é a qualidade característica que se quer avaliar, ou seja, o objeto de estudo.

Uma estatística sumária para os dados obtidos em um determinado experimento pode ser obtida pela relação :

$$\eta = -10 \log(y_i^2) \quad (30)$$

onde o quadrado médio refere-se à média dos quadrados das observações no experimento i . Para um arranjo ortogonal L_9 com 9 experimentos, o valor médio geral de η para a região experimental definida pelos níveis fatoriais é dado por :

$$m = \frac{1}{9} \sum_{i=1}^9 \eta_i = \frac{1}{9} (\eta_1 + \eta_2 + \dots + \eta_9) \quad (31)$$

A estratégia de otimização consiste dos seguintes passos :

- 1 - Avaliar os efeitos dos fatores de controle sob consideração sobre η e sobre a função média.

- 2 - Selecionar níveis que maximizem η para os fatores que tenham efeito significativo sobre η .
- 3 - Selecionar qualquer fator que não tenha efeito sobre η mas que tenha um efeito significativo sobre a função média como um fator de ajuste. Usá-lo para trazer a função média ao seu objetivo. (Na prática, pode-se fixar como fator de ajuste um fator que tenha um pequeno efeito sobre η mas com um efeito significativo sobre a função média.)
- 4 - Para fatores que não tenham efeito sobre η e nem sobre a função média, pode-se escolher qualquer nível que seja conveniente sobre outras considerações tais como custo ou outras características de qualidade.

Passos chave para a análise de dados obtidos de uma matriz experimental.

1. Computar as estatísticas sumárias apropriadas, tais como a razão SR para cada experimento.
2. Computar os efeitos principais dos fatores.
3. Executar a ANAVA para avaliar a importância relativa dos fatores e a variância do erro.
4. Determinar o nível ótimo para cada fator e prever a razão SR para a combinação ótima.
5. Comparar os resultados do experimento de verificação (comprovação) com a previsão. Se os resultados comparam-se ao prognóstico as condições ótimas são consideradas encontradas, caso contrário são necessárias análise e experimentação adicionais.
6. Se um ou mais experimentos em uma matriz de experimentos estão errados ou perdidos, então tais experimentos podem ser repetidos para completar a matriz. Isto evita a necessidade de uma análise complicada.

A matriz de experimentos seguida do experimento de comprovação é uma ferramenta poderosa para detectar a presença de interações entre os fatores de controle. Se a resposta prevista sob as condições ótimas não coincide com a resposta encontrada, então isto implica em que as interações são importantes. Se a resposta prevista coincide com a resposta encontrada, então isto implica em que as interações provavelmente não são importantes e que o modelo aditivo é uma boa aproximação.

Obtendo aditividade (monotonicidade)

É necessário habilidade para prever a robustez (sensibilidade aos fatores de ruído) de um produto para qualquer combinação dos valores dos fatores de controle para que os melhores níveis destes fatores possam ser selecionados. A previsão deve ser válida não somente nas condições de laboratório, mas também nas condições de manufatura e de uso do consumidor [11].

Segundo Taguchi, é importante haver aditividade dos efeitos dos fatores de controle sobre a sensibilidade aos fatores de ruído pelos seguintes motivos :

- É necessário estimar somente os efeitos principais, os quais requerem somente um pequeno número de experimentos. Entretanto, se as interações entre os fatores de controle são fortes, os experimentos devem ser conduzidos sob todas as combinações dos valores dos fatores de controle, o que é claramente dispendioso, senão impraticável.
- As condições sob as quais os experimentos são conduzidos também podem ser consideradas como um fator de controle. As condições consistem em três tipos : laboratório, fábrica e ambiente do consumidor. A presença de interações fortes entre os fatores de controle estudados em laboratório é um indicio de que as condições experimentais estão provavelmente interagindo com os fatores de controle em estudo. Esta interação, se ocorrer, podem tornar os resultados de laboratório inválidos. o que leva a uma falha do produto durante a manufatura e o uso pelo consumidor.

A aditividade é grandemente influenciada pela escolha da característica de qualidade, da razão SR, e dos fatores de controle e seus níveis.

As seguintes diretrizes podem ser usadas na seleção das características de qualidade.

1. A característica de qualidade deve ser diretamente relacionada à transferência de energia associada com o mecanismo básico ou a função ideal do produto.
2. Tanto quanto possível, deve-se escolher variáveis contínuas como características de qualidade.
3. As características de qualidade devem ser monotônicas, ou seja, o efeito de cada fator de controle sobre a robustez deve ser em uma direção consistente quando as setagens dos outros parâmetros de controle são alteradas. Também, a razão SR associada deve possuir aditividade.
4. As características de qualidade devem ser fáceis de medir.
5. As características de qualidade devem ser completas - isto é, devem cobrir todas as dimensões da função ideal.
6. Para produtos que tenham mecanismos de realimentação, o laço aberto, o sensor e os módulos de compensação devem ser otimizados separadamente, e após isto devem ser integrados. Similarmente, produtos complexos podem ser divididos em módulos adequados para o propósito de otimização.

Para Taguchi, embora o sucesso final de um produto ou um processo possa depender da confiabilidade ou do rendimento, tais respostas freqüentemente não fazem boas características de qualidade. Elas têm a tendência de causar interações fortes entre os fatores de controle.

Diferentes tipos de variáveis podem ser utilizadas como características de qualidade : a saída ou a variável resposta e valores de entrada de fatores de controle adequados ou fatores de ruído, para obter um certo valor na saída. Quando a saída é discreta, tais como estados on-off, torna-se necessário utilizar valores de entrada.

A aditividade dos efeitos dos fatores de controle também é influenciada pela seleção dos fatores de controle e seus níveis. Se dois ou mais fatores de controle afetam o mesmo aspecto do fenômeno básico, então a possibilidade de interação entre estes fatores torna-se alta. Quando tal situação é reconhecida, a interação pode ser reduzida ou mesmo eliminada através de uma transformação própria dos níveis dos fatores de controle (níveis deslizantes). É importante uma compreensão qualitativa de como os fatores de controle afetam o produto para sua seleção.

É essencial selecionar uma boa característica de qualidade, boa razão SR e bons fatores de controle e seus níveis para melhorar a eficiência das atividades de desenvolvimento. O processo de seleção nem sempre é fácil. Entretanto, quando os experimentos são conduzidos usando-se os arranjos ortogonais, pode ser usado um experimento de verificação para julgar se as interações são severas. Quando as interações são severas é possível procurar por uma característica de qualidade, uma razão SR ou níveis dos fatores de controle que foram melhorados, e então aliviar problemas de manufatura e falhas de campo potenciais.

A matriz de experimentos baseada em arranjos ortogonais seguida por um experimento de comprovação é uma ferramenta poderosa para detectar falta de aditividade. A otimização do projeto de um produto de um fator a cada vez não propicia o teste para aditividade necessário.

3.8. CONSTRUÇÃO DOS ARRANJOS ORTOGONAIS

O processo de ajuste de um arranjo ortogonal para um projeto específico tem sido facilitado pelo uso de arranjos ortogonais padrões e de uma ferramenta gráfica chamada gráficos lineares, desenvolvida por Taguchi para representar as interações entre pares de colunas nos arranjos ortogonais. Antes de construir um arranjo ortogonal, deve-se definir os requisitos que consistem de:

1. Número de fatores a serem estudados.
2. Número de níveis para cada fator.

3. Interações específicas a dois fatores a serem estimadas.
4. Dificuldades específicas que serão encontradas no decorrer dos experimentos.

O primeiro passo na construção de um arranjo ortogonal para ajustar ao estudo de um caso específico é contar os graus de liberdade totais, que indicam o número mínimo de experimentos que devem ser executados para se estudar os efeitos principais de todos os fatores de controle e as interações escolhidas.

Genichi Taguchi tabulou 18 arranjos ortogonais padrões. Em muitos problemas um destes arranjos pode ser diretamente usado para planejar a matriz de experimentos.

A ortogonalidade de uma matriz de experimentos não é perdida mantendo-se vazias uma ou mais colunas do arranjo.

As colunas dos arranjos ortogonais padrões são organizadas em ordem crescente do número de alterações; isto é, o número de vezes que o nível de um fator deve ser mudado durante os experimentos, na ordem numérica, é menor para as colunas da esquerda que para aquelas à direita. Consequentemente, fatores cujos níveis são difíceis de mudar devem ser designados às colunas à esquerda.

Embora na maioria dos experimentos em Projeto Robusto escolha-se não estimar quaisquer interações entre os fatores de controle, há situações onde é desejável estimar-se umas poucas interações selecionadas. A técnica de gráfico linear torna fácil planejar experimentos com arranjos ortogonais que envolvam interações.

Os gráficos lineares representam a informação de interação graficamente tornando fácil designar os fatores e interações para as várias colunas do arranjo ortogonal. Em um gráfico linear, as colunas de um arranjo ortogonal são representadas por pontos e linhas. Quando dois pontos são conectados por uma linha, significa que a interação entre as duas colunas representadas pelos pontos está contida em (ou confundida com) a coluna(s) representada pela linha. Em um gráfico linear, cada ponto e cada linha tem um número(s) de coluna distinto associado. Além do mais, cada coluna do arranjo é representada em seu gráfico linear uma vez (somente uma vez).

A principal utilidade de um gráfico linear é a possibilidade de criação de uma variedade de arranjos ortogonais diferentes dos arranjos ortogonais padrões, para o ajuste a problemas reais.

Dependendo da necessidade do caso em estudo e da experiência com matrizes de experimentos, o pesquisador pode utilizar as estratégias inicial, intermediária ou avançada para planejar os experimentos. A estratégia inicial envolve o uso de arranjos ortogonais padrões. A estratégia intermediária envolve modificações menores mas simples dos arranjos ortogonais padrões tais como as técnicas de nível simulado (dummy level), de fator composto e de fusão de colunas. A grande maioria de casos estudados pode ser manipulada pelas estratégias inicial e intermediária. A estratégia avançada requer o uso de regras de modificação dos gráficos lineares e sua necessidade não é relativamente freqüente. Em estudos de casos complicados, a estratégia avançada pode simplificar grandemente a tarefa da construção de arranjos ortogonais.

Embora o Projeto Robusto retire muitas idéias de projeto de experimentos estatístico clássico, os dois métodos diferem porque recorrem a problemas diferentes. O projeto de experimentos estatístico clássico é usado para modelar a resposta média, enquanto que o Projeto Robusto é usado para minimizar a variabilidade da função de um produto.

Melhoria da confiabilidade

A melhoria da confiabilidade pode ser acompanhada durante o estágio de projeto de um dos três modos : (1) reduzindo a sensibilidade da função do produto com relação à variação dos parâmetros do produto, (2) reduzindo a taxa de troca dos parâmetros do produto, e (3) incluindo a redundância. O primeiro modo tem melhor custo efetivo e é semelhante ao projeto por parâmetro. O segundo modo é análogo ao projeto por tolerância e envolve o uso de componentes ou processos de manufatura mais dispendiosos. O terceiro

modo é usado quando o custo de falha é muito grande comparado ao custo de providenciar-se a reposição de componentes ou de todo o produto.

A melhor maneira de aumentar a confiabilidade é encontrar uma característica de qualidade contínua apropriada e reduzir sua sensibilidade aos fatores de ruído. Quando uma característica de qualidade apropriada não pode ser encontrada, então somente testes de vida podem ser considerados para a melhoria da vida. Experimentos matriciais utilizando arranjos ortogonais podem ser usados para conduzir os testes de vida eficientemente com vários fatores de controle.

A razão SR calculada de uma característica de qualidade contínua pode ser usada para estimar a vida média de um produto novo. Sendo η_1 a razão SR para o novo produto e η_2 a razão SR para o produto de referência cuja vida média é conhecida, então a vida média do novo produto é r vezes a vida média do produto de referência [11], onde

$$r = 10^{\frac{|\eta_1 - \eta_2|}{10}} \quad (32)$$

3.9. ETAPAS EM PROJETO ROBUSTO

Otimizar o projeto de produto ou processo significa determinar a melhor arquitetura, os melhores níveis dos fatores de controle e as melhores tolerâncias. O projeto robusto é uma metodologia desenvolvida por Taguchi para encontrar os melhores valores para os fatores de controle de modo a tornar o produto ou processo insensível aos fatores de ruído. Isto envolve oito etapas, as quais podem ser agrupadas como : planejamento de uma matriz de experimentos para determinar os efeitos dos fatores de controle (etapas 1 a 5), condução da matriz de experimentos (etapa 6) e análise e verificação dos resultados (etapas 7 e 8) [11].

Etapla 1 : Identificar a função principal, os efeitos colaterais e os modos de falha. Este passo requer conhecimento de engenharia do produto ou processo e do ambiente do consumidor.

Etapla 2 : Identificar os fatores de ruído e as condições de teste para avaliar a perda de qualidade. As condições de teste são selecionadas para capturar o efeito dos fatores de ruído mais importantes. É importante que as condições de teste permitam uma estimativa consistente da sensibilidade dos fatores de ruído para qualquer combinação dos níveis dos fatores de controle. Um arranjo ortogonal de ruído e fatores de ruído compostos são duas técnicas comuns para a construção das condições de teste.

Etapla 3 : Identificar a característica de qualidade a ser observada e a função objetivo a ser otimizada. A tentação comum de usar o percentual de produtos que atingiram a especificação como sendo a função objetivo a ser otimizada deve ser evitada. Isto conduz a ordens de magnitude que reduzem a eficiência do experimento. Durante a otimização dos processos de manufatura, uma característica que indique a possibilidade de alteração de matéria prima ou de processo apropriada também pode ser estudada em conjunto com as características de qualidade, pois a economia do processo é determinada por ambas.

Etapla 4 : Identificar os fatores de controle e seus níveis recíprocos. Quanto mais complexo é um produto ou processo, mais fatores de controle são necessários, e vice versa. Tipicamente, seis a oito fatores de controle são encontrados para otimização. Para cada fator de controle dois ou três níveis são selecionados, sendo que um nível é usualmente o nível de partida. Os níveis escolhidos podem ter uma faixa suficientemente ampla para cobrir uma faixa experimental larga porque a sensibilidade dos fatores de ruído usualmente não muda com pequenas alterações dos valores dos fatores de controle. Também, escolhendo-se uma região experimental ampla pode-se identificar regiões boas, bem como regiões ruins, para os fatores de controle.

Etapla 5 : Projeto da matriz de experimentos e definição do procedimento de análise dos dados. O uso de arranjos ortogonais é um modo eficiente de estudar simultaneamente o efeito de muitos fatores de controle. Os efeitos fatoriais assim obtidos são válidos sobre a

região experimental e providenciam um modo de testar a aditividade dos efeitos dos fatores. O esforço experimental necessário é muito menor quando comparado a outros métodos experimentais., tais como suposição e teste (tentativa e erro), um fator a cada vez, e experimento fatorial total. Também, a análise dos dados é fácil quando são usados arranjos ortogonais. A escolha de um arranjo ortogonal para um projeto particular depende do número de fatores e seus níveis, da conveniência da alteração de níveis de um fator particular, e outras considerações práticas.

Etapa 6 : Condução da matriz de experimentos. Os níveis dos vários fatores de controle devem ser alterados quando do andamento de um experimento ao próximo na matriz de experimentos. A meticulosidade é essencial na escolha correta dos níveis dos vários fatores de controle - isto é, quando um fator particular deve ser ao nível 1 não deve ser setado aos níveis 2 ou 3. Entretanto, não deve haver preocupação com pequenas perturbações que são inerentes ao equipamento experimental. Qualquer experimento errado ou perdido pode ser repetido para completar a matriz. Os erros podem ser evitados com o uso anterior aos experimentos de diários para os experimentos e planilhas para os dados. Isto também acelera significativamente a condução dos experimentos.

Etapa 7 : Análise dos dados, determinação dos níveis ótimos para os fatores de controle, e previsão da performance sob esses níveis. As razões SR e outras estatísticas sumárias são primeiramente computadas para cada experimento. (No Projeto Robusto o foco primário é a maximização da razão SR.) Então, os efeitos fatoriais são computados e a ANAVA executada. Os efeitos fatoriais, juntamente com seus intervalos de confiança, são plotados para auxiliar a seleção de seus níveis ótimos. Quando um produto ou processo tem características de qualidade múltiplas, torna-se necessário fazer algumas alterações quando da escolha dos níveis fatoriais ótimos. Os efeitos fatoriais observados junto com a função perda de qualidade podem ser usados para se fazer alterações racionais.

Etapa 8 : Condução do experimento de verificação (confirmação) e planejamento de ações futuras. O propósito desta etapa final e crucial é verificar que as condições ótimas sugeridas pela matriz de experimentos de fato fornecem a melhoria projetada. Se a melhoria projetada e a encontrada coincidem, adota-se as condições ótimas sugeridas. Senão, conclui-se que o modelo aditivo básico da matriz de experimentos falhou, e encontra-se meios para corrigir o problema. As ações corretivas incluem escolha de melhores características de qualidade, ou razões SR melhores, ou fatores de controle e níveis diferentes, ou o estudo de algumas interações específicas entre os fatores de controle. Avaliação da melhoria na perda de qualidade, definição de um plano para implementar os resultados e decisão da necessidade de um novo ciclo de experimentos são também parte desta etapa final de Projeto Robusto. É comum a necessidade de mais de um ciclo de experimentos para o projeto de um produto ou processo para encontrar-se a qualidade necessária e a melhoria no custo.

CAPÍTULO 4

PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

4.1. CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS PRIMAS

As matérias primas ensaiadas foram : argilas PR1 e DL34, talcos ITA124 e G1, filitos ITAPEVA e LONGA VIDA, arenito A57AL. Foram compactados corpos de prova de 100 mm x 50 mm e de 40 mm x 20 mm, sendo os menores utilizados em forno de gradiente para obtenção dos diagramas de gresificação (gráficos de absorção de água x temperatura e retração linear x temperatura) e os maiores utilizados para os ensaios de resistência à ruptura por flexão. Também foi utilizada a argila 58BL em uma etapa posterior, pois esta matéria prima foi adquirida pela empresa após a seleção, por parte da mesma, das matérias primas a serem utilizadas no estudo. Assim, a argila 58BL não consta nos ensaios preliminares, os diagramas de gresificação e diagramas de resistência à ruptura pela temperatura para as matérias primas individuais. Após a caracterização físico-mecânica das matérias primas, estas foram combinadas em proporções variadas utilizando-se os arranjos ortogonais, segundo a Metodologia de Taguchi, e ensaiadas com relação às mesmas propriedades.

a. Preparação dos corpos de prova

Inicialmente, foram realizados ensaios com as matérias primas a serem utilizadas. Todos os procedimentos normais para preparação de matéria prima utilizados no laboratório da empresa PORTINARI/CECRISA foram mantidos. Para a preparação dos pós de cada matéria prima foram seguidos os seguintes passos :

- Amostragem de vários pontos do lote (no caso, os sacolões onde foram separadas amostras padrões de cada matéria prima).
- Secagem de cada amostra (± 2 kg) em estufa a ± 150 °C por 1 h no mínimo.
- Retirada de 1 kg de cada amostra para moagem.
- A quantidade de água e defloculante na moagem foi a seguinte : argilas 130% de água e 2 % de silicato de sódio, talcos 110 % de água e 2 % de silicato de sódio, areias, filitos e calcários 62 % de água e 1,5 % de silicato de sódio.
- Moagem em moinho de bolas durante 1 h com uma carga de esferas de 5 kg.
- Barbotina descarregada em malha 60 ASTM.
- Secagem da barbotina em estufa (ou infravermelho) durante 24 h.
- Desagregação do pó em moinho de bolas (em torno de 20 min).
- Descarga do pó em malha 12 ASTM.
- Umidificação do pó para prensagem (em torno de 7 % de água), passando o mesmo em malha 25 ASTM.
- Repouso do pó para homogeneização.
- Compactação dos corpos de prova a 24,5 MPa.
- Secagem dos corpos compactados em estufa a ± 150 °C por 1 h no mínimo.

Como o objetivo do trabalho é a utilização de Delineamento de Experimentos como um método para formulação de massa cerâmica para pavimento, nenhum procedimento descrito acima foi alterado (a menos que fosse estritamente necessário para a preparação das matérias primas ou massas), pois assim seria garantido o mesmo procedimento para todas as etapas do processo.

b. Ensaios realizados e Diagramas de Gresificação

Os ensaios realizados com os corpos de prova de cada matéria prima e de cada massa foram os seguintes :

- **Resistência mecânica à ruptura por flexão em três pontos** : realizado em crômetro da marca ICARO. Aqui deve ser ressaltado que os ensaios de resistência à flexão a seco e a úmido não foram realizados porque o equipamento, por ser de acionamento pneumático atuando sobre uma balança com incremento digital de 50 g, não tem resolução suficiente para indicar valores corretos para tais propriedades. O valor da RFQ é dado por :

$$RFQ = \frac{3fd}{2e^2b} \text{ [MPa]} \quad (33)$$

onde f é a força aplicada sobre o corpo (N) , d a distância entre os cutelos (mm) , e a espessura do corpo (mm) e b a largura do mesmo (mm).

- **Absorção de água** : após serem retirados da estufa os corpos foram pesados e imersos em água fervente, assim permanecendo durante 2 h, ao fim de que o aquecimento foi desligado e os corpos mantidos neste estado por 2 h. Em seguida, o excesso de umidade foi retirado e os corpos foram pesados. A percentagem de água absorvida é dada por :

$$AA = 100 \frac{m_i - m_f}{m_f} \text{ [%]} \quad (34)$$

onde m_i é a massa inicial do corpo (g) e m_f a massa final (g).

- **Retração linear do corpo queimado** : variação de comprimento verificada no corpo com relação à dimensão da matriz de compactação (100 mm). As medidas foram efetuadas com o uso de um paquímetro, inicialmente no corpo seco e após no corpo queimado. A percentagem de retração é dada por :

$$RL = 100 \frac{l_i - l_f}{l_f} \text{ [%]} \quad (35)$$

onde l_i é o comprimento inicial do corpo (mm) e l_f o comprimento final (mm).

Os diagramas de gresificação consistem em uma representação gráfica de algumas das propriedades físicas do produto acabado em função da temperatura máxima do ciclo de queima [10]. Para se obter tal diagrama várias amostras de uma mesma matéria prima (ou de uma mesma massa) preparadas de modo idêntico são submetidas a ciclos de queima análogos, com a única diferença na temperatura máxima alcançada em cada ciclo.

As propriedades físicas mais facilmente mensuráveis no produto acabado e que melhor caracterizam o produto são a absorção de água (diretamente relacionada com a porosidade aberta) e a retração linear, sendo normalmente selecionadas para se construir os diagramas citados, de grande utilidade para se definir o intervalo ótimo de queima. A temperaturas de queima superiores a 1000 °C dois efeitos antagônicos e simultâneos são verificados. Em uma primeira etapa a porosidade aberta se reduz progressivamente até anular-se, aumentando a retração da peça. Quando a porosidade aberta é praticamente nula a vitrificação ainda não é completa. Na segunda etapa o sistema pode ser considerado como formado por um conjunto de poros esféricos de pequeno tamanho. Em cada poro a tensão superficial da fase líquida presente tende a compactar a massa favorecendo sua retração, mas, ao mesmo tempo, com o acréscimo de temperatura a expansão dos gases contidos nos poros tende a aumentar a porosidade fechada, diminuindo a retração. Com a ajuda do diagrama de gresificação pode-se determinar o intervalo ótimo de temperaturas de queima, que corresponde à zona em que a retração da peça permanece praticamente constante quando a absorção de água é inferior a 2 %, no caso de um grês.

Normalmente os diagramas de gresificação são utilizados apenas para as argilas e para as massas que se deseja estudar. Neste trabalho, foram estudadas todas as matérias primas utilizadas na formulação de massas para piso, pois havia interesse em observar o comportamento quanto à queima de cada matéria prima.

4.2. DETERMINAÇÃO DA MATRIZ DE RUÍDO

Após a obtenção das propriedades das matérias primas, foi feito um levantamento das várias formulações das massas feitas pela empresa envolvendo as matérias primas utilizadas, para ter-se uma noção da faixa de variação percentual de utilização das mesmas na formulação das massas cerâmicas. O objetivo foi o de fixar os níveis para cada fator a ser considerado na matriz de ruído (figura 19).

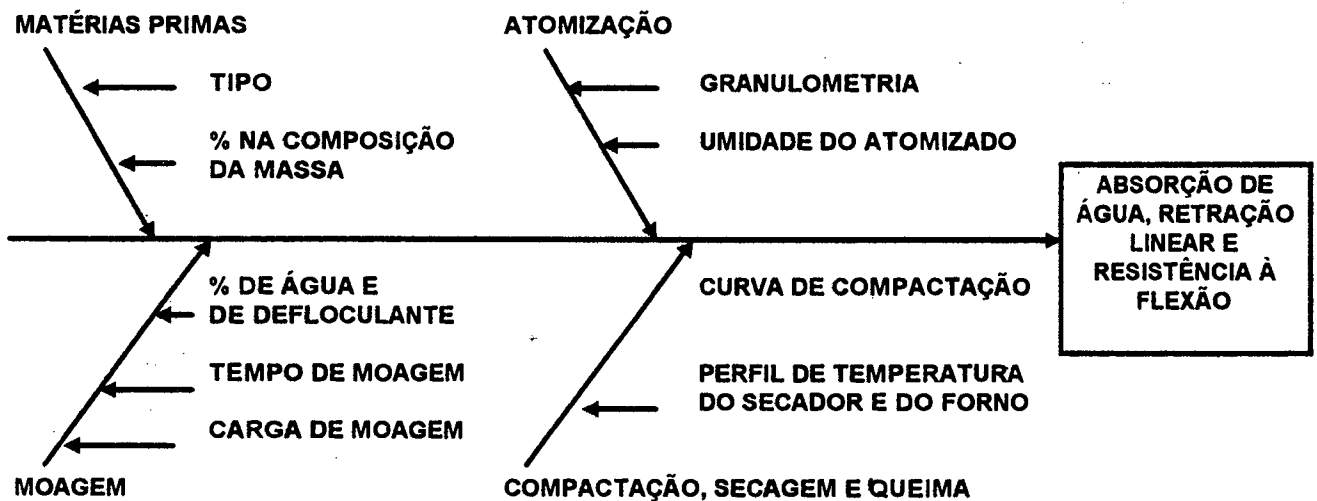


Figura 19. Exemplo de matriz de ruído em uma indústria cerâmica.

A matriz de ruído nada mais é que um diagrama das causas que provavelmente afetam o processo. O processo de manufatura de um revestimento cerâmico envolve uma infinidade de fatores, tais como : tipos de matérias primas e sua variação de composição (as matérias primas utilizadas não possuem uma composição - química e mineralógica - estável, variando conforme o lote adquirido); percentual de cada matéria prima na massa; tempo de moagem e carga (quantidade) de matéria prima e de bolas no moinho; quantidade de água e de defloculante; granulometria e distribuição granulométrica do atomizado; umidade do atomizado; curva de compactação; perfil de temperaturas do secador; perfil de temperaturas do forno... Como pode-se ver, há um grande número de fatores, por isto optou-se por adotar um número limitado de fatores, pois o objetivo do trabalho seria atingido do mesmo modo.

Como toda a pesquisa seria realizada a nível de laboratório, os fatores escolhidos foram : tipos de matérias primas, percentual de matérias primas e temperatura. Os tipos de matérias primas já foram mencionados anteriormente. Normalmente, na formulação de uma massa cerâmica para piso, utiliza-se 50 % de matérias primas plásticas, no caso as argilas e em parte filitos, e 50 % de não plásticos, areias, talcos e rochas, por exemplo. Notou-se uma tendência por parte da empresa de uso de grandes quantidades de filito (mais de 40 %) e pequenas quantidades de areias (em torno de 10 %). Deste modo, como níveis de partida, optou-se por uma massa teórica que teria a seguinte composição (em valores aproximados) : 45 % de filitos, 25 % de argilas, até 15 % de talco e até 15 % de arenito, tendo-se como meta a verificação do comportamento das massas com o aumento ou decréscimo destes valores.

Os percentuais de filito utilizados foram de 43 % a 49 %; os de argila de 22 % a 28 %, os de talco de 9 % a 15 % e os de arenito de 8 % a 14 %, escolhidos de modo que o somatório total não ultrapassasse 100 % e de acordo com os níveis de partida mencionados. Como os corpos foram queimados em um forno de ciclo rápido de laboratório, as temperaturas utilizadas foram de 1140 °C e 1160 °C, onde a primeira corresponde à máxima temperatura na curva de aquecimento do forno de laboratório correspondente à máxima temperatura no perfil do forno de produção, e a segunda corresponde à uma extrapolação da máxima temperatura da mesma curva, pois desejava-se obter o comportamento da massa com a variação de temperatura, optando-se por um acréscimo de 20 °C no patamar final do forno de laboratório, entendendo-se que tal valor seria suficiente para observação de alguma alteração de comportamento nas massas.

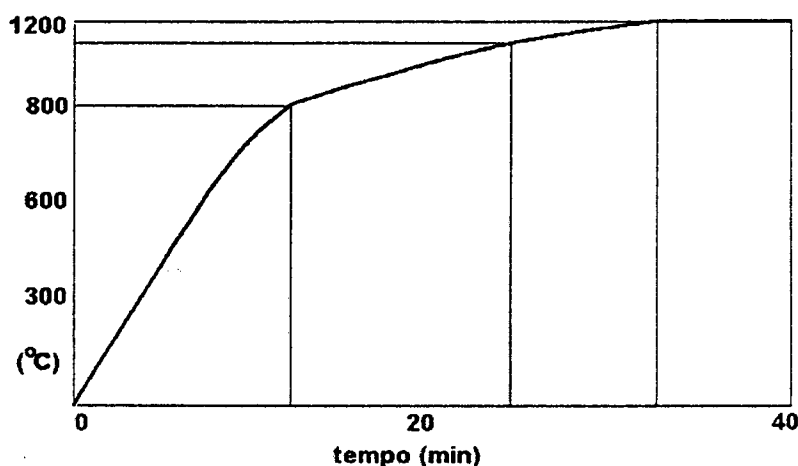


Figura 20. Perfil de temperaturas do forno de laboratório.

Na verdade os ciclos de queima dos fornos de laboratório e da planta não são iguais : as atmosferas são diferentes, pois o forno de laboratório utiliza resistores e queima ao ar enquanto o da planta utiliza gás gerado de carvão vegetal, formando uma atmosfera; o perfil de temperaturas do forno de laboratório simula apenas o aquecimento, pois o resfriamento é feito por troca térmica com o ambiente, enquanto o forno industrial tem perfil de aquecimento e resfriamento. Os perfis de temperatura dos fornos de laboratório e de fábrica são mostrados nas figuras 20 e 21, respectivamente.

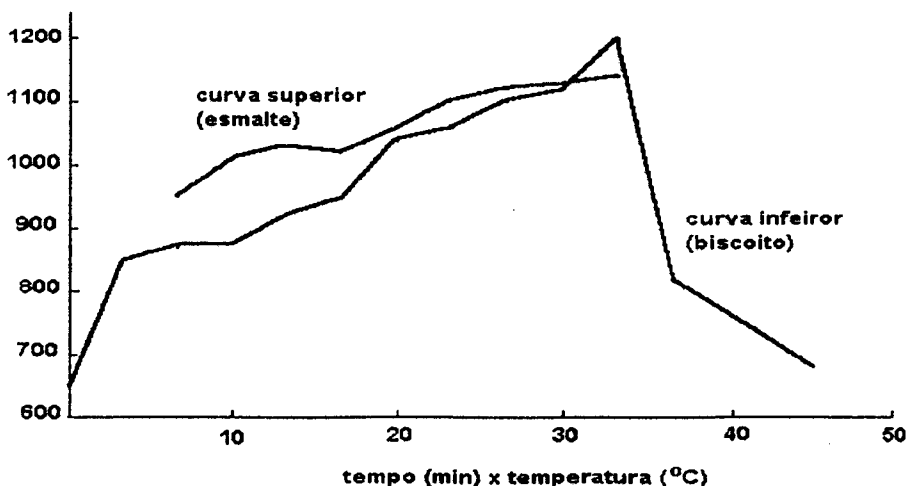


Figura 21. Perfil de temperaturas do forno de produção.

Cabe aqui uma ressalva. Como a soma de todos os percentuais em peso das matérias primas utilizadas em cada massa correspondendo a cada linha do arranjo ortogonal não resultava 100 %, a teoria estabelece que deve ser utilizado um material inerte para completar a formulação. Apesar da possibilidade do uso de percentuais relativos (por exemplo, se o percentual total for de 88 % para uma dada massa, converte-se este valor a 100 % e conseqüentemente cada percentual de cada matéria prima é convertido a novo valor), optou-se pelo uso de material inerte - no caso **chamote** - pois entendeu-se que o uso de percentuais relativos resultariam em erro de interpretação se, por exemplo, os 22 % de argila em uma massa com composição total resultando em 88 %, quando convertidos a 25 % (composição total convertida a 100 %), não poderiam ser comparados com os 22 % de argila de uma outra massa. É claro que na fabricação de revestimentos cerâmicos por monoqueima não se utiliza chamote, sendo apenas um artifício na falta de um material (inerte ou não) que pudesse ser utilizado como complemento da formulação.

Assim, a quantidade de chamote utilizada foi :

$$\text{CHAMOTE} = 100 - (\text{ARGILA} + \text{TALCO} + \text{FILITO} + \text{ARENITO}) \text{ [%]} \quad (36)$$

obs. - A quantidade de chamote não deveria superar 10 % para evitar interações no comportamento da massa mas, como isto não foi possível foram obtidas massas onde os resultados podem ter sido alterados pelo excesso de chamote.

As massas foram preparadas seguindo-se os mesmos procedimentos adotados para as matérias primas, com a única diferença sendo na quantidade de água - 62 % - e de silicato de sódio - 1,5 % - para as massas. Foram compactados 10 corpos de cada massa e cada massa foi analisada a partir de propriedades de produto acabado, quais sejam : retração linear do corpo queimado, resistência mecânica à ruptura por flexão em três pontos do corpo queimado e absorção de água.

4.3. PROCEDIMENTO DE ANÁLISE DOS RESULTADOS

A análise dos resultados foi feita através da ANAVA - Análise de Variância - e através dos gráficos da relação SR para cada fator.

Em primeiro lugar foi feita uma estatística sumária para os resultados obtidos para cada massa (cada linha do arranjo ortogonal). Esta estatística sumária leva em conta o tipo de função perda associada com a característica de qualidade em análise. Para uma propriedade como a absorção de água, por exemplo, o que se quer é que ela tenha o menor valor possível, ou seja, quanto menor melhor. O mesmo pode ser dito para a retração linear. Para estas propriedades (ou características de qualidade, segundo Taguchi), a seguinte fórmula define as estatísticas sumárias para um experimento i [11, 14, 15] :

$$m = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \eta_i \quad (37)$$

$$m = \frac{1}{n} [\eta_1 + \eta_2 \dots + \eta_n] \quad (38)$$

para uma determinada característica de qualidade y_i a ser analisada. A razão sinal ruído para a absorção de água mais adequada é quanto menor melhor, representada pela fórmula

$$\eta = -10 \log \left[\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i^2 \right] \quad (39)$$

o mesmo aplicando-se à retração linear.

Para determinar-se o efeito de um nível fatorial utiliza-se a média da razão sinal ruído observada em todos os experimentos conduzidos sob aquele nível fatorial em particular, como por exemplo, para o arranjo ortogonal L_{18} , o efeito do nível fatorial C_3 é dado por :

$$m_{C_3} = \frac{1}{6} [\eta_3 + \eta_6 + \eta_9 + \eta_{12} + \eta_{15} + \eta_{18}] \quad (40)$$

assim, para cada nível de cada fator analisado obtém-se uma média, sendo que tal média pode ser plotada em um gráfico, onde fica mais fácil a visualização dos efeitos dos níveis fatoriais : os pontos de maior valor nos gráficos da razão SR são os de maior efeito, sendo, portanto, desejáveis.

No caso da resistência mecânica à ruptura por flexão em três pontos, quanto maior for o valor para esta característica de qualidade, melhor o resultado obtido. Assim, a razão sinal ruído para a resistência à ruptura é **quanto maior melhor**, dada por :

$$\eta = -10 \log \left[\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{1}{y_i^2} \right] \quad (41)$$

Como são diferentes fatores que afetam uma determinada característica de qualidade, é preciso determinar a magnitude relativa de cada efeito fatorial. O modo encontrado por Taguchi para determinar a magnitude destes efeitos é através da Análise de Variância - ANAVA.

A soma dos quadrados dos valores de η é chamada **grande soma total dos quadrados**, dada por :

$$\text{grande soma total dos quadrados} = \sum_{i=1}^n \eta_i^2 \quad (42)$$

que pode ser decomposta em duas partes, a soma dos quadrados em função da média e a soma dos quadrados, como segue :

$$\text{soma dos quadrados de acordo com a média} = (\text{número de experimentos}) \cdot m^2 \quad (43)$$

$$\text{soma total dos quadrados} = \sum_{i=1}^n (\eta_i - m)^2 \quad (44)$$

Como m é a média dos valores de η_i , tem-se a seguinte identidade algébrica :

$$\sum_{i=1}^n (\eta_i - m)^2 = \sum_{i=1}^n \eta_i^2 - nm^2 \quad (45)$$

que também pode ser escrita como

$$\text{soma total dos quadrados} = \text{grande soma total dos quadrados} - \text{soma dos quadrados de acordo com a média} \quad (46)$$

$$\text{soma total dos quadrados} = \left[\sum_{i=1}^n y_i^2 \right] - \frac{\eta_T^2}{N} \quad (47)$$

onde η_T é a soma de todos os valores observados para a característica de qualidade, e N o número total de observações.

Como exemplo, a soma dos quadrados do fator A é igual ao desvio quadrático total do fator A em relação à média global, dada por (para o arranjo ortogonal L_{18}) :

$$SQ_A = \frac{\eta_{A_1}^2}{n_{A_1}} + \frac{\eta_{A_2}^2}{n_{A_2}} + \frac{\eta_{A_3}^2}{n_{A_3}} - \frac{\eta_T^2}{N} \quad (48)$$

procedendo-se do mesmo modo para todos os demais fatores.

Conhecendo-se todos os efeitos fatoriais pode-se calcular o termo do erro e_i para cada experimento i . A soma dos quadrados de acordo com o erro é a soma dos quadrados dos termos de erro. Assim :

$$\text{soma dos quadrados de acordo do erro} = \sum_{i=1}^n e_i^2 \quad (49)$$

A ortogonalidade da matriz de experimentos implica na seguinte relação entre as somas dos quadrados :

$$\text{soma total dos quadrados} = \text{soma das somas dos quadrados dos vários fatores} - \text{soma dos quadrados do erro} \quad (50)$$

O número de parâmetros independentes associados com a matriz de experimentos, ou com cada fator, ou com as somas dos quadrados resulta nos graus de liberdade. Uma matriz de experimentos com dezoito linhas tem dezoito graus de liberdade, associados com a grande soma total dos quadrados. A média global tem um grau de liberdade, associado com a soma dos quadrados da média. Assim, os graus de liberdade, gl , associados com a soma total dos quadrados é $18 - 1 = 17$. Cada fator tem tantos graus de liberdade quantos forem seus níveis, menos um grau de liberdade associado com a média para aquele fator. A ortogonalidade da matriz de experimentos implica na seguinte relação entre os graus de liberdade :

$$gl \text{ para a soma total dos quadrados} = \text{soma dos } gl \text{ dos vários fatores} - gl \text{ para o erro} \quad (51)$$

O quadrado médio para um fator é obtido pela divisão da soma dos quadrados pelos graus de liberdade, o que é chamado de variância. O mesmo se aplica para o erro. Assim :

$$V = \frac{SQ}{gl} \quad (52)$$

Todos os dados para a **Análise de Variância** podem ser tabulados, para maior facilidade de compreensão, sendo que a variância é uma medida da confiabilidade de cada fator no experimento : quanto maior o valor da razão entre a variância de um fator e a variância do erro para o experimento, maior é a confiabilidade daquele fator em particular. O desvio padrão pode ser obtido a partir da variância. Por definição [16] :

$$\sigma = \sqrt{V} \quad (53)$$

CAPÍTULO 5

RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1. MATÉRIAS PRIMAS

A seguir, encontra-se a tabela de composição química (tabela 8) das matérias primas utilizadas nas massas formuladas, fornecida pela empresa **PORTINARI/CECRISA**. A maior quantidade de sílica nas argilas, supondo-se que parte desta sílica permaneça como quartzo livre (sem reagir com as demais fases formadas na queima) pode explicar a diminuição da retração de queima observada nas massas que a utilizam, efeito esperado para a argila **58BL**. A presença de óxidos de cálcio produz uma fase líquida de baixa viscosidade, que funde à baixa temperatura e causa grandes deformações na peça, efeito esperado para o talco **G1**. Os óxidos de magnésio atuam como fundentes reduzindo a refratariedade das massas, mas a fase vítrea que produzem é mais viscosa que a produzida pelos compostos de cálcio, diminuindo a tendência à deformação dos produtos queimados, efeito mais provável no talco **ITA124**. A maior perda ao fogo (perda de material por calcinação) para a argila **PR1** pode estar associada a uma maior quantidade de matéria orgânica, o que indica argilas com maior plasticidade. Quanto aos filitos, a maior quantidade de compostos à base de cálcio presentes no filito **ITAPEVA** indicam uma tendência de que este seja mais fundente em relação ao filito **LONGA VIDA**.

Tabela 8. Composição química das matérias primas utilizadas.

	FILITO ITAPEVA	FILITO LONGA VIDA	TALCO ITA124	TALCO G1	ARENITO A57AL	ARGILA PR1	ARGILA DL34	ARGILA 58BL
SiO ₂	69,5	64,9	58,0	52,0	77,0	44,1	49,3	60,7
Al ₂ O ₃	14,4	18,6	4,3	10,6	13,6	37,2	30,7	20,4
Fe ₂ O ₃	1,7	2,0	2,7	2,3	0,9	1,4	1,5	3,5
TiO ₂	0,6	2,0	0,5	0,4	1,0	2,5	0,1	1,0
CaO	-	-	-	9,9	-	-	-	-
MgO	3,6	1,9	25,2	17,1	1,4	-	1,3	3,0
K ₂ O	4,9	4,9	1,2	0,8	1,2	0,7	1,0	3,1
Na ₂ O	1,7	1,9	1,2	-	0,7	0,3	0,5	1,7
perda ao fogo	3,7	3,9	6,3	6,9	4,2	18,8	14,5	6,3

O arenito **A57AL**, com grandes quantidades de óxidos de silício e alumínio, é a matéria prima mais refratária, pois espera-se que apenas pequena parte da sílica presente venha a formar fase líquida, permanecendo em sua maior parte como quartzo livre com coeficiente de expansão térmica mais elevado, o diminuiria a retração de queima.

Os resultados dos ensaios físicos e mecânicos para as matérias primas, obtidos em forno mufla à temperatura de 1120 °C, estão listados na tabela 9. Estes resultados foram obtidos para uma temperatura fixa, o que é de uso corrente em um laboratório industrial. Para um melhor entendimento do comportamento das matérias primas com a temperatura, faz-se necessário o estudo das propriedades analisadas a várias temperaturas, utilizando-se dos diagramas de gresificação.

Tabela 9. Propriedades físicas das matérias primas utilizadas. Valores médios. Temperatura de 1120 °C em forno mufla.

MATÉRIA PRIMA	RETRAÇÃO LINEAR [%]	ABSORÇÃO DE ÁGUA [%]	RESISTÊNCIA A FLEXÃO [MPa]
TALCO G1	4,4	4,7	11,0
TALCO ITA124	3,8	4,3	14,7
FILITO ITAPEVA	5,7	1,0	22,0
FILITO LONGA VIDA	7,1	2,1	21,0
ARGILA PR1	9,4	9,8	3,0
ARGILA DL34	10,5	1,0	20,0
ARENITO A57AL	0,5	8,2	1,3

A argila PR1, apesar da grande retração na temperatura de ensaio, apresenta elevada absorção de água (figura 21) e baixa resistência à flexão, atuando negativamente nas propriedades do produto acabado; em contrapartida apresenta elevada plasticidade, necessária para a compactação das peças.

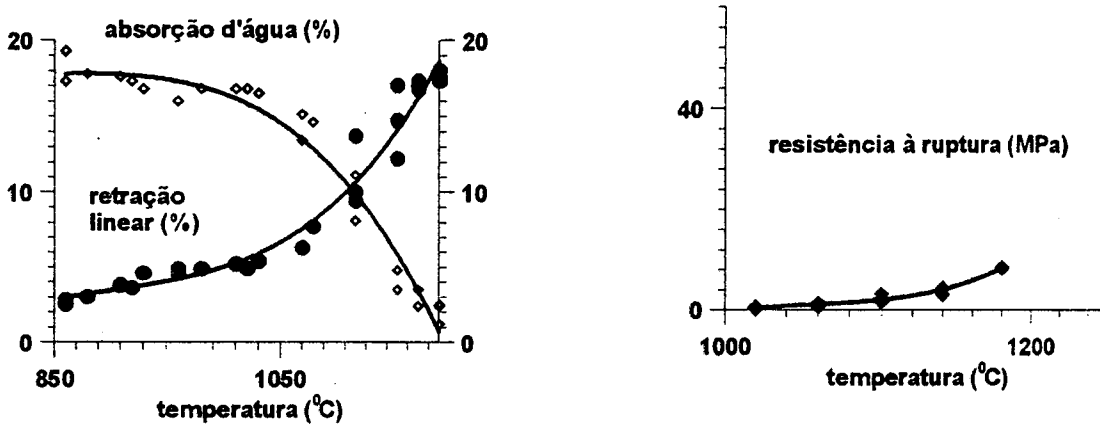


Figura 21. Diagrama de gresificação e curva de resistência à ruptura por flexão em função da temperatura para a argila PR1.

Observando a curva de gresificação percebe-se sua alta refratariedade, pois mesmo a 1200 °C as curvas ainda não atingiram um patamar que possa ser identificado como um intervalo de queima.

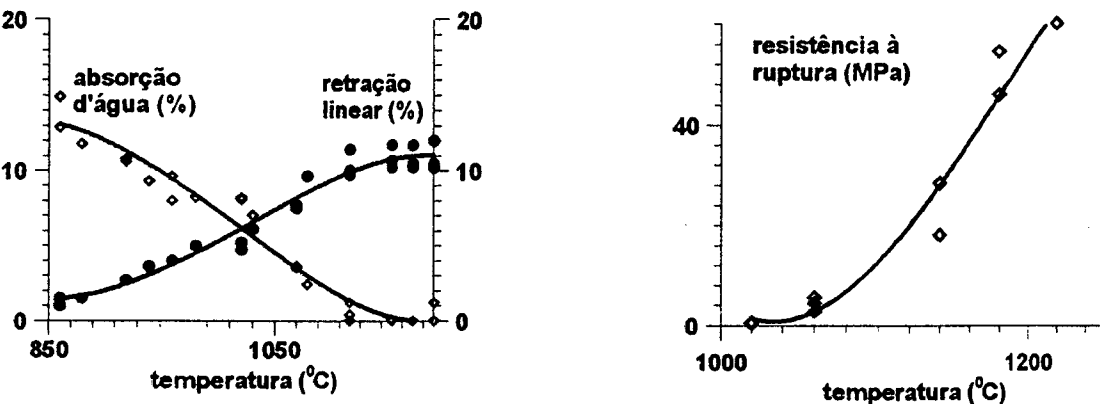


Figura 22. Diagrama de gresificação e curva de resistência à ruptura por flexão em função da temperatura para a argila DL34.

A argila DL34, de alta retração, forneceu os melhores resultados quanto às propriedades de produto acabado (figura 22), com plasticidade adequada. Entretanto não deflocula, sendo este um fator limitante para sua utilização em escala industrial. A 1200 °C a absorção de água é zero, indicando que a porosidade aberta se anula. Acima de 1100 °C apresenta um patamar, indicando o início do intervalo de queima.

Os talcos apresentaram propriedades equivalentes, com tendência mais favorável ao uso do talco ITA124, que com menor retração apresenta menor absorção de água (figuras 23 e 24) e maior resistência à ruptura. A dispersão dos resultados para absorção de água, mais evidente para o talco ITA124, resulta da maior dificuldade de compactação das peças, pois não há um agente "plastificante" que auxilie o rearranjo das partículas, sendo que o único aditivo utilizado na compactação foi água (6 % em peso).

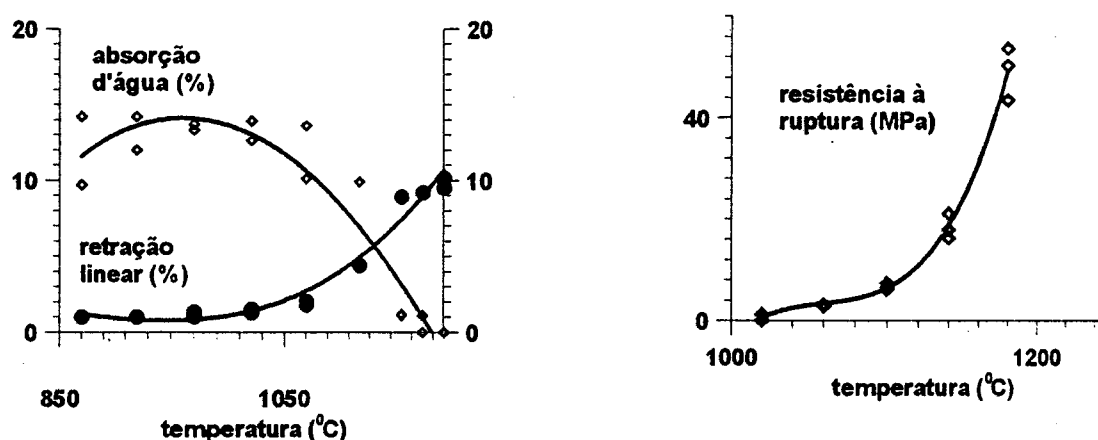


Figura 23. Diagrama de gresificação e curva de resistência à ruptura por flexão em função da temperatura para o talco G1.

Analisando-se as curvas de retração linear para ambos talcos (com uma dispersão muito pequena), percebe-se que o talco G1 apresenta uma maior inclinação em comparação com o ITA124, resultado da fase líquida menos viscosa formada, que resulta em maiores deformações das peças. Na prática obtém-se um maior intervalo de queima utilizando-se o talco ITA124.

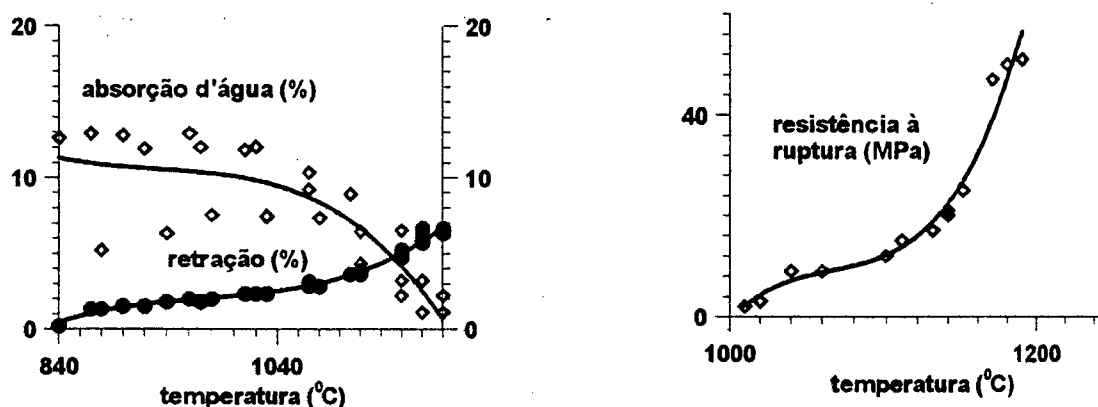


Figura 24. Diagrama de gresificação e curva de resistência à ruptura por flexão em função da temperatura para o talco ITA124.

Quanto aos filitos, o melhor comportamento é do ITAPEVA, com menor retração, baixa absorção de água e elevada resistência à flexão : em torno de 1100 °C a absorção de água é próxima a 2 %, com retrações inferiores a 10 % e iniciando um patamar. O filito

LONGA VIDA apresenta propriedades ligeiramente inferiores (figuras 25 e 26), com retrações maiores que 10 % acima dos 1100 °C.

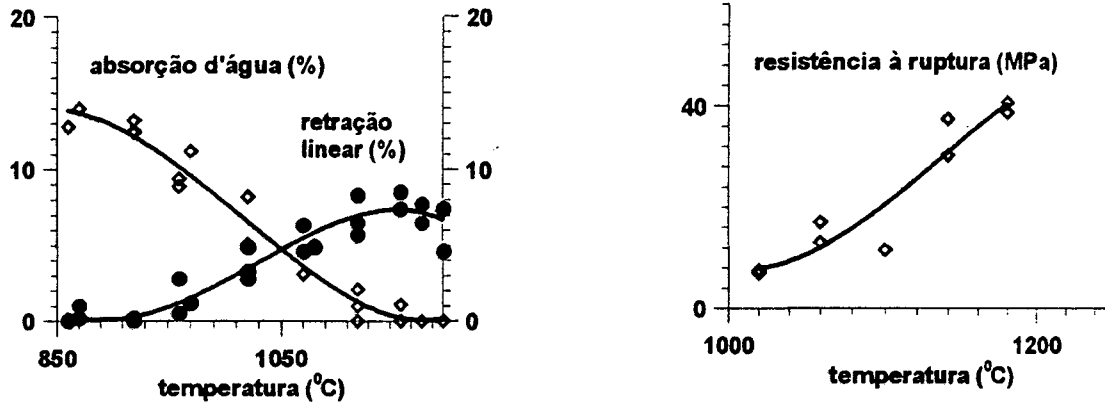


Figura 25. Diagrama de gresificação e curva de resistência à ruptura por flexão em função da temperatura para o filito ITAPEVA.

A dispersão dos resultados também resulta da maior dificuldade em compactar-se os corpos de prova, o que indica uma variação de densidade aparente para os mesmos.

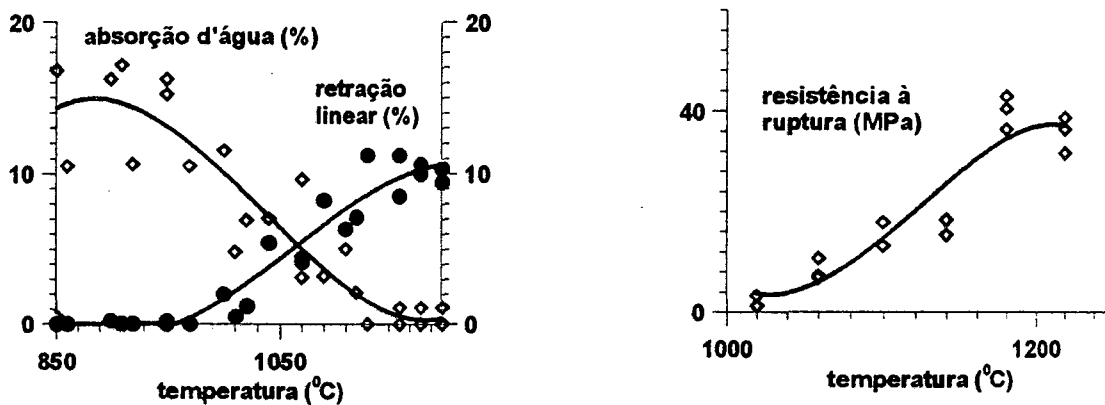


Figura 26. Diagrama de gresificação e curva de resistência à ruptura por flexão em função da temperatura para o filito LONGA VIDA.

Finalmente, o arenito A57AL tem como função ser o elemento estrutural quando da queima dos corpos de prova, com função de manter a retração linear, o que é demonstrado pela sua maior refratariedade em relação às demais matérias primas ($\approx 0,5$ % de retração linear a 1120 °C), pois apenas pequena parte da areia irá formar a fase vítrea, permanecendo em sua maior parte como quartzo livre (figura 27).

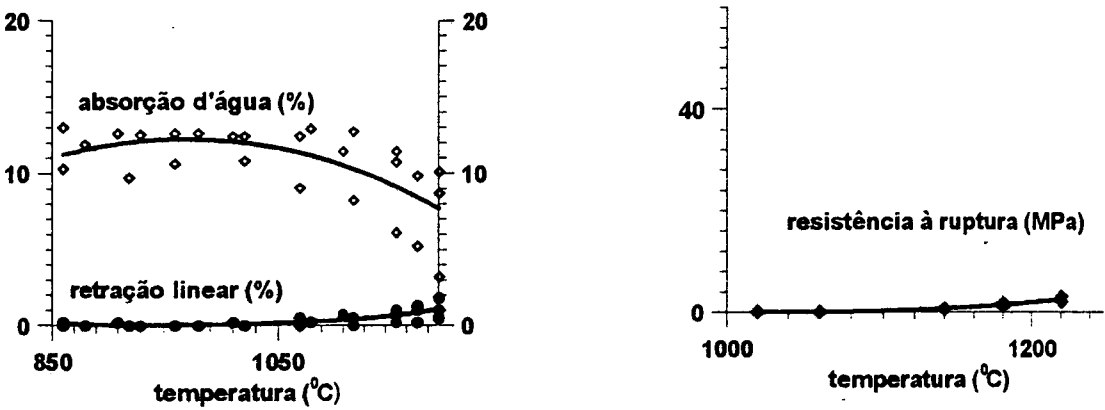


Figura 27. Diagrama de gresificação e curva de resistência à ruptura por flexão em função da temperatura para o arenito A57AL.

A argila 58BL não foi testada sob o ponto de vista de propriedades de queima por ter sido utilizada a posteriori. Uma análise das matérias primas em função apenas da composição química não é completa, podendo-se incorrer em erros de interpretação. A composição química das matérias primas (tabela 8) apenas fornece dados comparativos entre as mesmas, quando agrupadas em uma mesmo bloco (talcos, argilas,...). Mas alguns dados interessantes podem ser obtidos : a quantidade de matéria orgânica de argilas (em função da perda ao fogo), a refratariedade dos minerais (pela quantidade de sílico-aluminosos), a fundência (pela presença de óxidos de cálcio e magnésio), etc. Para uma interpretação mais correta das propriedades de cada matéria prima é necessária a análise mineralógica das mesmas, uma análise que requer muita prática para o correto reconhecimento dos compostos presentes. Este é o motivo deste trabalho estar baseado nas propriedades físicas das matérias primas utilizadas, mais especificamente o comportamento com relação à temperatura, e a tentativa de extrapolação dos resultados quando as matérias primas são misturadas para formar as massas estudadas.

5.2. DETERMINAÇÃO DE FATORES E NÍVEIS

Os fatores e níveis escolhidos, em função de fatores já mencionados no capítulo 4, foram os constantes da tabela 9. Com sete fatores a três níveis e um fator a dois níveis o experimento enquadra-se em um arranjo ortogonal L_{18} [11, 14, 15], que é a matriz de experimentos, onde cada linha fornece os dados de formulação de cada massa e cada coluna fornece as variáveis sendo analisadas.

Tabela 9. Fatores e níveis

	descrição	nível 1	nível 2	nível 3
A	temperatura de queima	1140 °C	1160 °C	
B	percentual de filito	43 %	46 %	49 %
C	percentual de argila	22 %	25 %	28 %
D	percentual de talco	15 %	9 %	12 %
E	percentual de arenito	14 %	11 %	8 %
F	tipo de argila	PR1	PR1/DL34	DL34
G	tipo de filito	ITAPEVA	ITAPEVA/LV	LV
H	tipo de talco	ITA 124	ITA 124/G1	G1

Tabela 10. Arranjo ortogonal L₁₈

ensaio	NIVEIS	A	B	C	D	E	F	G	H
1	11111111	1160	43	22	15	14	PR1	ITPV	ITA
2	11222222	1160	43	25	9	11	PR1/DL	ITPV / LV	ITA / G1
3	11333333	1160	43	28	12	8	DL	LV	G1
4	12112233	1160	46	22	15	11	PR1/DL	LV	G1
5	12223311	1160	46	25	9	8	DL	ITPV	ITA
6	12331122	1160	46	28	12	14	PR1	ITPV / LV	ITA / G1
7	13121323	1160	49	22	9	14	DL	ITPV / LV	G1
8	13232131	1160	49	25	12	11	PR1	LV	ITA
9	13313212	1160	49	28	15	8	PR1/DL	ITPV	ITA / G1
10	21133221	1140	43	22	12	8	PR1/DL	ITPV / LV	ITA
11	21211332	1140	43	25	15	14	DL	LV	ITA / G1
12	21322113	1140	43	28	9	11	DL	ITPV	G1
13	22123132	1140	46	22	9	8	PR1	LV	ITA / G1
14	22231213	1140	46	25	12	14	PR1/DL	ITPV	G1
15	22312321	1140	46	28	15	11	DL	ITPV / LV	ITA
16	23132312	1140	49	22	12	11	DL	ITPV	ITA / G1
17	23213123	1140	49	25	15	8	PR1	ITPV / LV	G1
18	23321231	1140	49	28	9	14	PR1/DL	LV	ITA

A temperatura foi escolhida para preencher a única coluna a dois níveis (coluna A) por ser o fator de maior dificuldade de alteração; a coluna A modifica de nível uma única vez. A linha 1 corresponde à massa 1, ou seja, o primeiro ensaio e assim sucessivamente. O arranjo ortogonal escolhido com seus valores já atribuídos (arranjo ortogonal L₁₈) está na tabela 10.

A sequência dos experimentos, feita por sorteio, foi a seguinte : massas 15 - 10 - 3 - 13 - 9 - 8 - 7 - 1 - 4 - 16 - 18 - 12 - 17 - 6 - 11 - 2 - 14 - 5.

5.3. RESULTADOS OBTIDOS PARA CADA MASSA CERÂMICA

Cada massa formulada foi ensaiada quanto às seguintes propriedades : retração linear, absorção de água e resistência à ruptura. Foram utilizados 5 corpos de prova para cada massa ensaiada, denominados de CP 1 a 5, sendo que para cada massa foi feita uma estatística sumária η , medida em dB, com o objetivo de indicar o valor médio da propriedade sendo analisada para cada massa. Os dados de resistência mecânica à ruptura por flexão em três pontos, absorção de água e retração linear para cada massa formulada, segundo o arranjo ortogonal L₁₈, são os mostrados nas tabelas 11, 12 e 13, todas para corpos de prova queimados.

O valor de η para a retração linear de queima é obtido por :

$$\eta = -10 \log \left[\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i^2 \right] \tag{54}$$

onde y_i é o valor da retração linear para cada corpo de prova e n é o número de corpos de prova. Os valores de η são obtidos em decibel. O símbolo entre parênteses (ot) indica o valor ótimo de η para uma massa.

Tabela 11. Resultados para retração linear [%].

MASSA	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5	η [dB]
1	8,9	9,2	8,0	8,7	8,7	-18,8
2	11,1	11,6	12,4	11,6	9,9	-21,1
3	9,4	8,5	8,5	6,8	-	-18,4
4	12,6	13,6	11,6	10,1	12,1	-21,6
5	9,4	9,9	9,6	9,2	9,4	-19,6
6	9,6	9,4	8,5	6,8	8,2	-18,6
7	9,9	11,1	11,1	10,6	-	-20,6
8	6,6	6,4	5,9	5,9	6,8	-16,0 (ot)
9	7,8	8,0	8,5	8,5	8,5	-18,3
10	13,4	13,4	13,6	13,4	12,4	-22,4
11	9,6	10,6	8,9	7,5	8,9	-19,2
12	8,5	8,7	7,8	-	-	-18,4
13	12,9	12,9	11,6	8,2	11,1	-21,2
14	7,1	7,3	8,2	7,3	5,9	-17,1
15	12,9	12,4	12,6	12,6	12,9	-22,1
16	8,2	9,2	9,2	8,5	8,7	-18,9
17	9,9	10,1	9,6	10,1	8,9	-19,8
18	7,3	6,4	4,6	6,4	7,8	-16,4

A retração linear percentual do corpo queimado foi medida em relação à cavidade da matriz de compactação dos corpos de prova (100 mm x 50 mm); a resistência mecânica à ruptura por flexão em três pontos foi obtida com a utilização de equipamentos específicos (crômetro); a absorção de água, obtida com a diferença de massa entre o corpo queimado seco e após ensaio, também foi ensaiada em equipamento específico. Foram ensaiados cinco corpos de prova de cada massa, utilizando-se apenas os resultados considerados válidos (peças não trincadas).

No caso da retração linear de queima, o nível ótimo foi encontrado para o experimento número 8 ($\eta = -16,0$ dB), o que corresponde à temperatura de 1160 °C para 49 % de filito LONGA VIDA, 25 % de argila PR1, 12 % de talco ITA124 e 11 % de arenito. η indica apenas uma tendência global para este ensaio (tabela 11).

Tabela 12. Resultados para resistência mecânica à ruptura por flexão em três pontos [MPa].

MASSAS	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5	η [dB]
1	41,1	39,0	36,9	39,2	35,9	51,8
2	45,5	55,5	54,7	32,0	-	52,9
3	43,6	36,2	35,3	37,1	-	51,7
4	52,7	53,5	47,0	31,1	50,9	53,0
5	50,0	48,3	50,1	49,9	56,2	54,3
6	35,9	39,7	27,2	33,6	-	50,6
7	45,1	48,7	50,9	48,2	-	53,8
8	31,2	25,3	22,8	27,5	31,9	48,9
9	32,8	40,8	36,6	46,6	-	51,8
10	60,6	60,0	68,4	60,8	51,4	55,7(ot)
11	41,2	53,0	37,0	30,1	41,6	51,9
12	42,1	43,4	37,7	-	-	52,4
13	53,6	46,2	39,8	29,5	40,6	52,1
14	35,5	39,9	35,2	31,5	-	51,1
15	41,1	39,0	36,9	39,2	35,9	51,8
16	40,8	43,8	48,6	46,9	46,2	53,2
17	43,4	40,9	37,9	40,6	-	52,3
18	36,0	30,8	20,7	30,1	30,7	49,2

O valor de η para resistência à ruptura é :

$$\eta = -10 \log \left[\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{1}{y_i^2} \right] \tag{55}$$

sendo y_i o valor de resistência à ruptura para cada corpo de prova e n o número de corpos de prova.

Para a resistência mecânica o experimento 10, com $\eta = 55,7$ dB, apresenta a maior média global, ou seja, temperatura de 1140 °C, 43 % dos filitos ITAPEVA e LONGA VIDA em igual percentual, 22 % das argilas PR1 e DL34 em igual percentual, 12 % de talco ITA124, e 8 % de arenito (tabela 12).

Para a absorção de água (tabela 13) a melhor média foi para o experimento 15 ($\eta = 12,8$ dB), ou seja, temperatura de 1140 °C, 46 % dos filitos ITAPEVA e LONGA VIDA, 28 % da argila DL34, 15 % de talco ITA 124 e 11 % de arenito. Neste caso η assume o mesmo valor de retração linear.

Tabela 13. Resultados para absorção de água [%].

MASSAS	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5	η [dB]
1	5,5	4,8	6,2	5,7	5,5	-14,8
2	3,0	2,8	2,5	3,0	3,4	-9,6
3	4,8	5,5	5,7	6,3	-	-13,6
4	0,9	0,4	1,3	1,8	1,1	1,3
5	0,8	0,6	0,6	0,7	0,5	1,9
6	6,7	7,0	7,3	8,0	7,5	-16,5
7	2,3	1,5	1,7	2,0	-	-7,2
8	9,0	10,2	10,5	10,6	9,3	-19,1
9	6,0	5,7	5,3	5,5	6,7	-15,6
10	0,5	0,5	0,2	0,7	1,0	5,8
11	3,9	4,5	3,3	3,0	3,5	-11,9
12	5,5	5,9	6,2	-	-	-14,8
13	2,8	2,7	3,2	4,5	3,4	-8,9
14	6,1	6,4	5,0	6,5	7,0	-15,7
15	0,2	0,4	0,5	0,4	0,3	12,8(ot)
16	4,4	3,9	4,0	4,3	4,1	-12,9
17	5,6	5,0	6,1	5,2	7,0	-14,9
18	8,1	9,2	10,5	9,4	7,7	-18,1

A partir destes valores foi feita a ANAVA - Análise de Variância. As relações Sinal/Ruído (SR) utilizadas foram : **menor é melhor** para retração linear e absorção de água e **maior é melhor** para a resistência à flexão.

A seguir estão as tabelas da ANAVA (tabelas 14, 15 e 16) e os gráficos de Sinal/Ruído (figuras 28, 29 e 30) para o arranjo ortogonal L_{18} - tanto os valores para a ANAVA quanto os valores para os gráficos SR estão em unidade decibel [dB].

Os fatores B, C e G (tabela 14) representam quase 70 % do efeito total sobre a retração linear, sendo os fatores mais importantes para esta propriedade. Os fatores A e H têm efeito desprezível quando comparados aos outros. Notar o pequeno valor para o erro (e), em torno de 0,5 % do efeito total, demonstrando a grande confiabilidade do experimento.

Tabela 14. ANAVA para retração linear. Valores em dB.

DESCRIÇÃO	FATOR	gl	SQ	V
TEMPERATURA	A	1	0,30	0,30
% DE FILITO	B	2	10,18	5,09
% DE ARGILA	C	2	13,37	6,68
% DE TALCO	D	2	5,88	2,94
% ARENITO	E	2	7,50	3,75
TIPO DE ARGILA	F	2	3,12	1,56
TIPO DE FILITO	G	2	17,67	8,83
TIPO DE TALCO	H	2	0,39	0,20
	(e)	2	0,27	0,14
	total (SR)	17	58,68	

Para cada fator, os graus de liberdade *gl* são obtidos do seguinte modo. O número de graus de liberdade para cada fator é dado pelo total de níveis do fator menos o grau de liberdade da média, que sempre corresponde a 1, ou seja, para o caso do fator A tem-se

$$gl_A = 3 - 1 = 2 \qquad (56)$$

O total de graus de liberdade de um arranjo ortogonal equivale ao número total de linhas do arranjo (ou seja, o número de experimentos) menos 1 grau de liberdade equivalente à média. Para um arranjo ortogonal *L*₁₈

$$gl_T = 18 - 1 = 17 \qquad (57)$$

Para o erro, o número de graus de liberdade é dado pela diferença entre o número total de graus de liberdade e a soma dos graus de liberdade de cada fator

$$gl_e = gl_T - \sum_{i=A}^H gl_i \qquad (58)$$

Para obtenção da soma dos quadrados adota-se o seguinte procedimento. A soma total dos quadrados é obtida da diferença entre a soma dos quadrados de todos valores de *η* e a soma dos quadrados em função da média *m*, ou seja

$$SQ_T = \sum_{i=1}^n (\eta_i - m)^2 \qquad (59)$$

onde

$$m = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \eta_i \qquad (60)$$

Para cada fator, a soma dos quadrados é obtida pela diferença da soma dos quadrados dos valores de *η* em cada nível fatorial, divididos pelo número de vezes em que cada nível é utilizado, e a soma dos quadrados em relação à média global. Para o fator A de um arranjo *L*₁₈

$$SQ_A = \frac{\eta_{A_1}^2}{n_{A_1}} + \frac{\eta_{A_2}^2}{n_{A_2}} + \frac{\eta_{A_3}^2}{n_{A_3}} - \frac{\eta_T^2}{N} \qquad (61)$$

onde n_{A_i} é o número de corpos de prova utilizados ao nível i , N o número total de corpos de prova utilizados e η_T a soma de todos os valores observados para η .

Para o erro, a soma dos quadrados é dada pela diferença entre a soma dos quadrados de todos os fatores e a soma total dos quadrados

$$SQ_e = SQ_i - SQ_T \tag{62}$$

onde i indica os fatores.

A variância V é dada pela divisão da soma dos quadrados SQ pelos graus de liberdade gl , ou seja

$$V = \frac{SQ}{gl} \tag{63}$$

O mesmo procedimento é utilizado para as outras propriedades estudadas.

A seguir estão plotados os valores de cada nível fatorial em função da razão sinal ruído (figura 28). Os maiores valores indicam os melhores níveis - maximização da razão sinal ruído. Os pontos são obtidos dos valores de η para cada nível de cada fator.

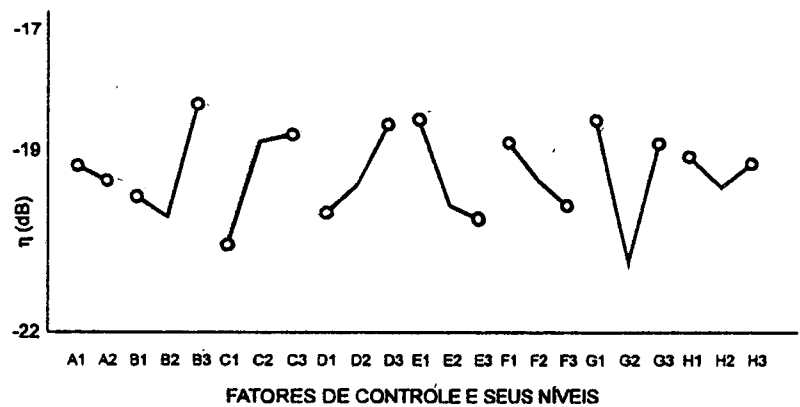


Figura 28. Gráfico da razão SR para a retração linear.

Pelo gráfico (figura 28) percebe-se que os melhores níveis são $A_1B_3C_3D_3E_1F_1G_1H_1$. Estes níveis tornam o produto - piso cerâmico - mais robusto, pois diminuem o efeito do ruído sobre a propriedade em análise, no caso, a retração linear. Como a retração linear não é a única propriedade de interesse, repete-se os mesmos procedimentos para a resistência mecânica à ruptura por flexão e para a absorção de água.

Tabela 15. ANAVA para resistência mecânica à ruptura por flexão. Valores em dB.

DESCRIÇÃO	FATOR	gl	SQ	V
TEMPERATURA	A	1	0,04	0,04
% DE FILITO	B	2	4,36	2,18
% DE ARGILA	C	2	13,00	6,50
% DE TALCO	D	2	1,05	0,53
% ARENITO	E	2	7,64	3,82
TIPO DE ARGILA	F	2	6,40	3,20
TIPO DE FILITO	G	2	9,86	4,93
TIPO DE TALCO	H	2	0,65	0,33
	(e)	2	3,38	1,69
	total (SR)	17	46,40	

Neste caso (tabela 15), os fatores que mais afetam a propriedade em análise - resistência mecânica à ruptura por flexão - são novamente C, E, F e G, ou seja, percentuais de argila e de arenito, tipo de argila e de filito, representando quase 80 % do efeito total. O efeito do erro já é maior neste caso, correspondendo a 7,3 % do efeito total. Os fatores A, D e H têm baixa confiabilidade, ou seja, têm pouca influência.

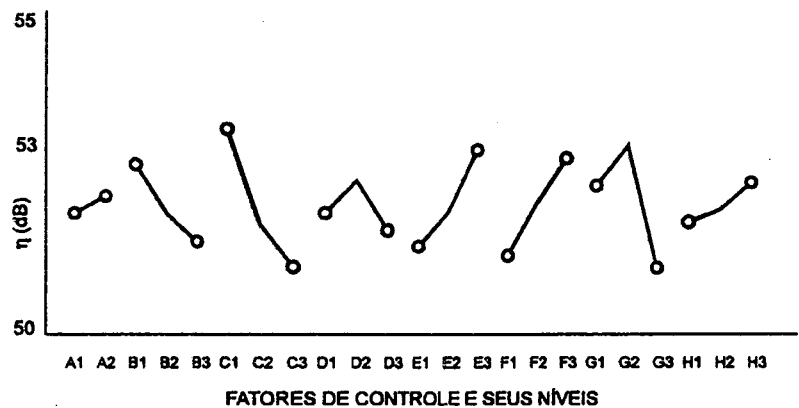


Figura 29. Gráfico da razão SR para a resistência mecânica à ruptura por flexão.

O gráfico da razão sinal ruído para a resistência mecânica à ruptura (figura 29) revela que os melhores níveis fatoriais são A₂B₁C₁D₂E₃F₃G₂H₃ - temperatura de queima de 1140 °C, 43 % dos filitos ITAPEVA e LONGA VIDA em proporções iguais, 22 % da argila DL34, 9 % de talco G1 e 8 % de arenito. Aqui já se pode fazer uma comparação entre as duas propriedades; os fatores a serem comparados são aqueles com forte efeito, pois são os mais representativos de cada propriedade. Comparando-se os dois resultados percebe-se a grande influência dos fatores C (percentual de argila) e G (tipo de filito), e o efeito desprezível dos fatores A (temperatura de queima) e H (tipo de talco).

Tabela 16. ANAVA para absorção de água. Valores em dB.

DESCRIÇÃO	FATOR	gl	SQ	V
TEMPERATURA	A	1	11,1	11,1
% DE FILITO	B	2	348,6	174,3
% DE ARGILA	C	2	105,0	52,5
% DE TALCO	D	2	68,2	32,1
% ARENITO	E	2	177,8	88,9
TIPO DE ARGILA	F	2	285,6	142,8
TIPO DE FILITO	G	2	207,4	103,7
TIPO DE TALCO	H	2	174,8	87,4
	(e)	2	42,4	21,2
	total (SR)	17	1420,8	

Encerrando estão os resultados da Análise de Variância para a absorção de água (tabela 16). Novamente o fator A é desprezível. A diferença de temperatura de 20 °C foi muito pequena para se obter um grande efeito sobre as propriedades de queima analisadas, pois, ao contrário do que ocorre nos fornos de produção, no forno de laboratório as temperaturas foram mantidas em seus patamares por um tempo maior, tornando mais efetivas as reações químicas em cada composição cerâmica analisada. Os fatores mais importantes foram B, F e G, equivalentes a quase 60 % da variação total.

Analisando o gráfico da razão SR para a absorção de água (figura 30) obtém-se A₂B₂C₁D₁E₂F₃G₂H₁ : 1140 °C de temperatura de queima, 46 % de filitos ITAPEVA e LONGA VIDA, 22 % de argila DL34, 15 % de talco ITA124 e 11 % de arenito. A variância do erro

contribui, neste caso, com 3 % da variação total, mostrando a boa confiabilidade deste experimento.

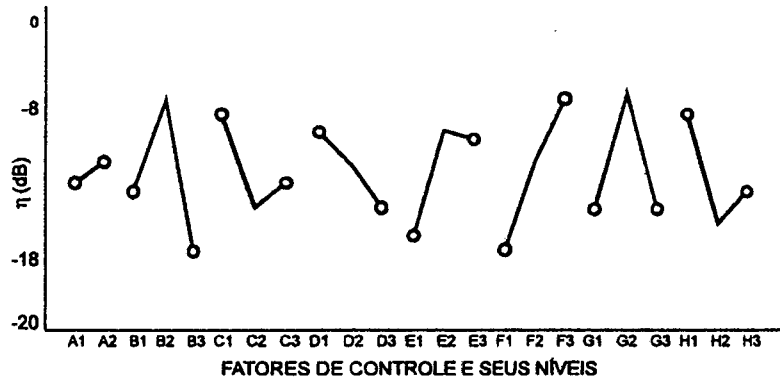


Figura 30. Gráfico da razão SR para a absorção de água.

Uma análise comparativa das três propriedades mostra que o tipo de filito foi o fator que mais afetou a retração linear e a absorção de água das massas estudadas; o tipo de argila teve maior influência sobre a resistência à ruptura. Observando a curva de resistência à ruptura para a argila DL34 em comparação com a argila PR1 (figuras 21 e 22), percebe-se claramente a superioridade da DL34, confirmando os dados constantes da ANAVA para a resistência à ruptura. O filito é o fundente da massa, reduzindo a temperatura de queima por formação de fase líquida viscosa (fase vítrea), sendo que a quantidade de fase líquida viscosa a ser formada depende, é claro, da quantidade e do tipo de filito presente. Também é utilizado como substituto de argilas. A ANAVA para absorção de água e retração linear indicou o tipo de filito como fator de maior importância, o que é coerente com a função do filito em uma massa, mas não se pode tirar muita informação dos diagramas de gresificação para os filitos (figuras 25 e 26) devido à dispersão dos resultados. Mesmo assim a ferramenta da ANAVA foi importante por indicar com clareza uma variável que se sabe ter grande importância nas propriedades analisadas. No caso dos talcos, esperava-se uma maior influência sobre a retração linear, pois nas proporções em que foi utilizado normalmente provoca deformações nas peças devido formação de fase vítrea de baixa viscosidade - efeito mais perceptível para o talco G1.

A partir dos resultados dos gráficos de sinal ruído para as três propriedades analisadas, percebe-se que não há uma tendência bem definida para os fatores B (percentual de filito), D (percentual de talco) e E (percentual de arenito), com relação aos valores máximos de η e sem levar em conta o comportamento das curvas. Os fatores que tomam o produto mais robusto, ou seja, menor sensibilidade à variação (maior qualidade), são os seguintes :

$$A_2C_1F_3G_2H_1$$

ou seja, temperatura de queima de 1140 °C, 22 % de argila DL34, filitos ITAPEVA e LONGA VIDA em meia proporção e talco ITA124.

Como a ANAVA e o teste SR foram inconcludentes para os fatores B (quantidade de filito), D (quantidade de talco) e E (quantidade de arenito), optou-se pela realização de um novo experimento para estes fatores. Os novos fatores e níveis escolhidos foram os constantes da tabela 17. O procedimento de cálculo para as tabelas da ANAVA e para a plotagem dos gráficos das razões SR de cada propriedade é o mesmo utilizado anteriormente.

Tabela 17. Fatores e níveis para o novo experimento.

	descrição	nível 1	nível 2	nível 3
A	PERCENTUAL DE FILITO	50 %	40 %	45 %
B	PERCENTUAL DE TALCO	18 %	12 %	15 %
C	PERCENTUAL DE ARENITO	11%	14 %	8 %

Foi mantido o percentual obtido anteriormente de 22 % para a argila DL34, assim como todos os fatores comprovados como melhores - 50 % filito ITAPEVA / 50 % filito LONGA VIDA, talco ITA124, arenito A57AL e temperatura de queima de 1140°C. Novamente foi usado chamote para completar a formulação.

Com três fatores a três níveis, o experimento ajusta-se a um arranjo ortogonal L_9 (tabela 18). Os novos níveis foram escolhidos de modo a ampliar a região experimental para cada fator, na esperança de que surgisse uma tendência bem definida no comportamento das curvas dos gráficos das razões sinal ruído para o conjunto das propriedades analisadas. As propriedades analisadas foram as mesmas do experimento anterior : retração linear de queima, resistência mecânica à ruptura por flexão em três pontos do corpo queimado e absorção de água.

Tabela 18. Arranjo ortogonal L_9 .

ensaio	NIVEIS	A	B	C
1	1111	50	18	11
2	1222	40	12	14
3	1333	45	15	8
4	2123	50	12	8
5	2231	40	15	11
6	2312	45	18	14
7	3132	50	15	14
8	3213	40	12	8
9	3321	45	18	11

A sequência dos ensaios, por sorteio, foi a seguinte: 7 - 5 - 8 - 1 - 6 - 9 - 3 - 4 - 2. Observar que a primeira linha do arranjo ortogonal não foi utilizada.

Novamente cada massa foi preparada seguindo-se os procedimentos utilizados pelo laboratório da empresa PORTINARI/CECRISA e analisada em função das propriedades de produto acabado.

Os resultados dos novos experimentos para cada nova massa formulada (em função das propriedades de produto acabado), constam nas tabelas 19, 20 e 21.

Tabela 19. Dados para retração linear [%].

	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5	CP6	CP7	CP8	CP9	CP10	η [dB]
1	9,6	8,0	7,8	8,7	8,7	9,6	9,2	9,2	8,2	9,2	- 18,9
2	8,2	7,8	7,3	7,1	7,3	8,5	7,3	6,8	8,0	7,5	- 17,6
3	9,4	6,4	7,3	10,6	6,2	9,6	9,9	8,9	9,6	9,9	- 19,0
4	8,5	8,7	8,7	7,8	8,2	8,7	8,0	8,7	8,9	9,6	- 18,7
5	9,2	9,2	8,9	8,5	9,6	8,2	9,2	9,4	8,7	8,0	- 19,0
6	9,2	9,4	9,2	9,2	7,8	9,4	9,6	7,8	8,9	5,7	- 18,8
7	8,0	5,3	7,8	7,8	8,2	6,6	7,3	8,2	5,5	7,5	- 17,3
8	9,9	9,9	10,6	8,5	6,8	10,9	11,1	8,0	9,2	10,4	- 19,7
9	7,1	7,8	8,2	6,4	8,0	8,9	8,2	9,9	8,7	8,7	- 18,3

Segundo $\eta = -17,3$ dB (tabela 19) o melhor resultado é para o experimento 7 : 50 % de filito, 15 % de talco e 14 % de arenito, complementados com 22 % de argila. (Obs. Para as

massas que ultrapassaram os 100 % de composição total em peso, isto é, as massas cujo somatório dos percentuais em peso das matérias primas foi maior que 100 %, os percentuais relativos de cada matéria prima foram reduzidos para que se atingisse o percentual total de 100 %, pois os valores ultrapassados foram mínimos - 1 % ou 2 % no máximo.)

Tabela 20. Resultados para resistência mecânica à ruptura por flexão [MPa].

	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5	CP6	CP7	CP8	CP9	CP10	η [dB]
1	38,2	27,7	32,1	32,2	33,6	33,5	34,5	35,2	31,6	35,9	50,6
2	30,6	26,7	23,6	27,5	24,2	27,0	24,9	24,7	31,6	27,2	48,6
3	33,1	16,0	19,5	37,4	20,5	35,9	36,9	30,1	36,7	34,6	48,6
4	32,6	36,4	29,8	26,9	28,1	24,1	20,4	29,9	30,5	-	49,0
5	35,8	34,7	33,0	31,5	37,1	29,8	35,0	40,3	34,8	25,6	50,5
6	33,7	29,2	27,8	33,3	27,8	34,1	37,8	23,8	27,0	18,9	49,1
7	28,6	12,9	24,8	30,7	34,5	19,6	30,8	35,3	15,9	-	46,9
8	28,2	37,1	41,9	29,2	17,6	32,7	37,8	28,0	22,0	39,5	49,2
9	24,3	25,4	32,6	20,6	33,7	27,6	36,2	35,1	34,9	27,2	49,2

Para o caso de resistência à ruptura por flexão (tabela 20), o experimento com maior efeito foi o primeiro, com 50 % de filito, 18 % de talco e 11 % de arenito. A grande quantidade de talco pode aumentar a resistência mecânica do produto queimado, pois o mesmo pode formar eutéticos que reduzem a temperatura de formação de fases de elevada resistência específica. Estas fases só podem ser identificadas por análise mineralógica.

Para a absorção de água (tabela 21) o melhor resultado foi encontrado para o experimento 9 (η = -13,7 dB), com 45 % de filito, 18 % de talco e 11 % de arenito.

Tabela 21. Resultados para absorção de água [%].

	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5	CP6	CP7	CP8	CP9	CP10	η [dB]
1	3,5	6,8	5,8	5,6	4,7	3,4	5,2	4,1	6,7	3,7	- 14,1
2	6,1	6,7	5,8	7,7	6,5	5,4	6,8	6,5	5,6	6,6	- 16,1
3	4,3	7,7	7,1	3,7	9,2	3,2	3,3	4,7	3,6	3,7	- 14,7
4	5,2	5,4	5,1	6,8	6,7	5,9	7,4	4,3	4,4	-	- 15,2
5	3,9	5,6	5,2	5,5	3,9	4,6	4,2	5,7	5,2	6,3	- 14,1
6	5,0	4,3	5,9	4,7	6,9	4,8	4,6	8,0	6,3	8,0	- 15,6
7	6,0	9,1	6,0	5,9	6,1	8,2	6,3	6,5	8,9	-	- 17,0
8	6,5	4,3	2,4	5,7	8,6	3,7	2,5	5,1	4,7	3,7	- 14,1
9	6,4	4,9	4,3	5,6	5,1	4,5	4,2	3,1	4,1	5,3	- 13,7

Em sequência estão as tabelas da ANAVA e os gráficos das funções sinal ruído para as propriedades acima. Novamente utilizou-se das relações **menor é melhor** para absorção de água e retração linear e **maior é melhor** para resistência à flexão (tabelas 22, 23 e 24).

Tabela 22. ANAVA para retração linear. Valores em dB.

DESCRIÇÃO	FATOR	gl	SQ	V
% DE FILITO	A	2	0,50 +	0,25
% DE TALCO	B	2	0,10 +	0,05
% DE ARENITO	C	2	2,40	1,20
	(e)	2	1,50 +	0,75
	total (SR)	8	4,50	
	(e ⁶) ¹	(6)	(2,10)±	(0,35)

¹erro combinado : neste caso as colunas do arranjo ortogonal não atribuídas são utilizadas para a estimativa do erro

Para este caso, há boa confiabilidade apenas para o fator C, a quantidade de arenito, que responde por 53 % da variação total. Os outros fatores têm baixa confiabilidade em relação ao erro, e podem ser somados ao erro para a determinação da variância do erro do experimento (*pooled error*).

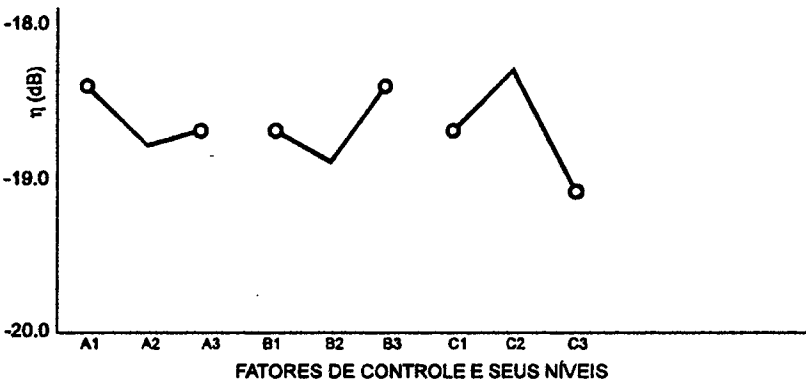


Figura 31. Gráfico da razão SR para a retração linear.

O gráfico da razão sinal ruído para este caso (figura 31) demonstra que os melhores níveis fatoriais são $A_1B_3C_2$, observando que os fatores A e B têm menor confiabilidade que o desejável.

A análise de variância para a resistência à ruptura por flexão (tabela 23) : novamente apenas o fator C tem a confiabilidade necessária. Os fatores A e B são somados ao erro, indicando a variância do erro.

Tabela 23. ANAVA para resistência à ruptura por flexão. Valores em dB.

DESCRIÇÃO	FATOR	gl	SQ	V
% DE FILITO	A	2	0,60	0,30
% DE TALCO	B	2	1,40	0,70
% DE ARENITO	C	2	5,40	2,70
	(e)	2	2,10	1,05
	total (SR)	8	9,50	
	(e ^c)	(6)	(4,10)	(0,68)

Os melhores níveis fatoriais são então $A_2B_1C_1$, ou seja, 40 % de filito, 18 % de talco e 11 % de arenito (figura 32). Comparando-se com os resultados obtidos com a retração linear, ainda não surge uma tendência definida para os melhores valores dos níveis fatoriais.

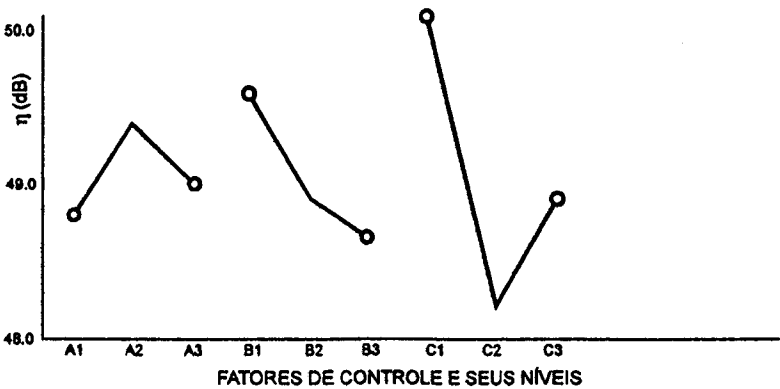


Figura 32. Gráfico para a razão SR para a resistência à flexão.

Finalmente, para a absorção de água (tabela 24), novamente o fator C é o que produz o maior efeito, respondendo por 52 % da variação total. Os fatores A e B são acrescidos ao erro para a estimativa da variância do erro.

Tabela 24. ANAVA para absorção de água. Valores em dB.

DESCRIÇÃO	FATOR	gl	SQ	V
% DE FILITO	A	2	1,10	0,55
% DE TALCO	B	2	1,20	0,60
% DE ARENITO	C	2	5,10	2,55
	(e)	2	2,40	1,20
	total (SR)	8	9,80	
	(e ^c)	(6)	(4,70)	(0,70)

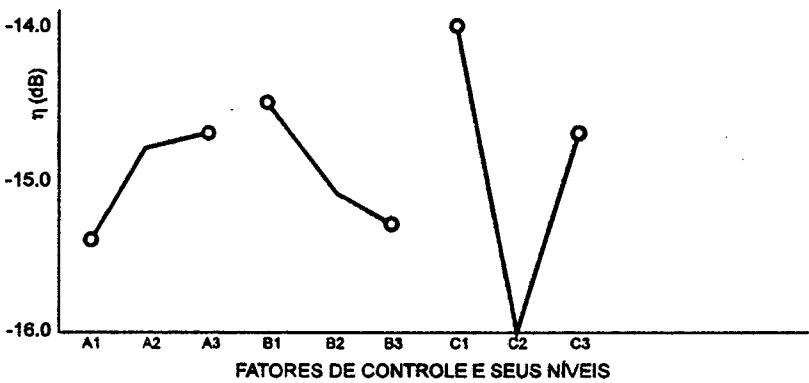


Figura 33. Gráfico da razão SR para a absorção de água.

O gráfico da razão sinal ruído para a absorção de água (figura 33) resulta em $A_3B_1C_1$, 45 % de filito, 18 % de talco e 11 % de arenito. Mas a diferença entre os níveis A_2 e A_3 é muito pequena, podendo-se considerar como melhores níveis fatoriais $A_2B_1C_1$, ou seja, 40 % de filito.

O resultado final demonstra a necessidade de maiores quantidades de talco e arenito, o primeiro atuando como agente fluxante, possibilitando a formação de eutéticos que baixam a temperatura de queima da massa cerâmica, reduzindo a porosidade e formando fases de elevada resistência mecânica específica nas peças. Entretanto, tais afirmações só podem ser confirmadas com uma análise mineralógica confiável, revelando quais compostos minerais estão atuando na massa. O arenito contribui com uma pequena parcela de fase vítrea, permanecendo em sua maior parte como quartzo livre, atuando mais como agente estrutural da peça, pois diminui a retração dos corpos. O filito é um grande formador de fase vítrea, reduzindo a temperatura de queima e resultando na porosidade adequada à absorção de água desejada. O efeito que mais se observa segundo a análise das razões sinal ruído, no entanto, é o efeito do aumento da percentagem dos outros componentes na massa - arenito e talco - que atuam mais eficazmente nas propriedades analisadas, principalmente no caso do arenito.

Pela análise dos gráficos de sinal ruído, percebe-se que os melhores níveis dos fatores analisados são :

$$A_2B_1C_1$$

que considerados em conjunto com os fatores já determinados resulta em 40 % dos filitos ITAPEVA e LONGA VIDA, 18 % de talco ITA124, 11 % de arenito A57AL e 22 % de argila DL34, queimada a 1140 °C.

Os resultados do teste de comprovação estão listados na tabela 25, juntamente com uma massa de produção da empresa, a MP77 que se compõe de 43,4 % de filito ITAPEVA, 9,8 % de arenito A57AL, 31 % de argila PR1 e 15,8 % de talco ITA124. Ambas as massas foram preparadas com 1,5 % de defloculante (silicato de sódio) e 62 % de água, sendo compactados 20 corpos de prova de cada massa, com 6,5 % de umidade.

Tabela 25. Resultados comparativos entre as massas MP77 e a massa de comprovação.

CP'S	MASSA COMPROVAÇÃO			MASSA PRODUÇÃO MP77		
	RL [%]	RFQ [MPa]	AA [%]	RL [%]	RFQ [MPa]	AA [%]
1	8,5	29,2	5,1	5,7	18,3	9,8
2	5,7	17,8	8,2	6,5	20,9	8,7
3	7,1	23,2	6,5	6,4	20,6	8,6
4	8,7	-	4,5	6,8	21,0	8,4
5	8,3	32,2	-	6,3	23,7	8,6
6	7,5	22,6	6,3	6,7	24,0	8,1
7	6,6	21,3	8,9	6,7	22,4	8,2
8	7,5	27,5	5,3	6,8	23,1	8,2
9	6,7	24,4	6,7	5,5	17,5	10,1
10	7,6	22,2	6,6	-	-	-
11	4,4	20,7	10,5	4,6	14,5	11,6
12	4,5	16,2	10,5	4,6	14,9	11,2
13	4,4	18,0	10,7	4,4	14,2	11,6
14	4,7	17,7	10,7	4,4	14,9	11,4
15	4,5	15,7	11,0	4,4	15,9	11,4
16	4,5	17,0	10,8	4,7	15,2	11,1
17	4,7	17,7	11,1	4,7	14,8	11,0
18	4,8	18,7	11,0	4,6	12,1	11,2
19	4,6	17,2	10,9	4,5	13,4	11,3
20	4,3	21,0	11,0	4,4	13,0	11,6
MEDIA	6,0	21,1	8,8	5,4	17,6	10,1

Apesar dos bons resultados quanto à absorção de água e à resistência à ruptura por flexão, deve-se observar que a argila DL34 não deflocula, o que é crítico para a produção, pois dificulta muito a descarga dos moinhos e o transporte da barbotina pelas tubulações - mas esta propriedade não havia sido analisada, não podendo ser feita uma crítica ao método quanto a este aspecto, pois a capacidade de defloculação das argilas (e em consequência, das massas) deveria ter sido incluída como uma característica de qualidade a ser analisada no início dos experimentos.

As grandes variações para os valores das propriedades para uma mesma massa, nas mesmas condições de queima, provavelmente devem-se ao seguinte :

- Falta de homogeneização durante a umidificação dos pós, com as gotas de água formando grumos ao entrar em contato com o pó, sendo estes os pontos que fragilizam a peça.
- Possíveis variações durante a compactação dos corpos, pois a prensa de laboratório utilizada era regulada hidraulicamente pela pressão nominal - 24,5 MPa - e não por fim de curso, variando a densidade aparente das peças.
- O forno de laboratório utilizado acionava automaticamente o resfriamento forçado após decorrido determinado intervalo de tempo na temperatura de máxima - no caso 1140 °C e 1160 °C - provocando distorções nos corpos de prova que estavam na região central, afetando a análise da retração linear de queima.

Com os problemas apresentados pela argila DL34 foi utilizada uma nova argila como matéria prima, a 58BL, e o filito LONGA VIDA e o talco G1 não eram mais disponíveis. Em consequência, optou-se por formular mais uma massa utilizando-se das matérias primas disponíveis no momento, ou seja, argila 58BL, talco ITA124, filito ITAPEVA e arenito A57AL.

Como o arranjo ortogonal L₉ (segundo experimento) havia fornecido os percentuais de matéria prima a serem utilizados para filito, talco e arenito, decidiu-se utilizá-los para demonstrar a viabilidade do método, apesar da baixa confiabilidade para o talco e o filito. O percentual de argila seria o complemento da formulação, ou seja, 100 % menos o total das outras matérias primas, pois não se utiliza chamote na produção de um grês, sendo que a quantidade de argila em uma massa cerâmica é da ordem de 50 %, além do que as argilas utilizadas eram outras.

Informações fornecidas pelos técnicos indicavam que uma grande quantidade de filito em adição de uma grande quantidade da argila 58BL - respectivamente 40 % e 31 % - causavam esfoliação da massa nas prensas de produção. Decidiu-se baixar ainda mais a quantidade de filito, tendência apontada pelos gráficos da função sinal ruído para o fator quantidade de filito. Optou-se por um percentual de 37 % de filito, elevando-se o percentual de argila para 34 %.

A massa formulada com estas condições foi a seguinte : 37 % filito ITAPEVA, 11 % arenito A57AL, 18 % talco ITA124 e 34 % argila 58BL. A massa foi ensaiada segundo uma série de propriedades listadas abaixo (tabela 26) :

Tabela 26. Comparação entre a nova massa teste e a MP77 (produção).

MASSAS	RFU	RFS	RFQ	RL	AA	ESC.
TESTE	0,78	2,31	36,1	4,2	9,5	32
MP 77	0,89	2,03	20,9	4,3	13,0	16

onde RFU corresponde à resistência mecânica à ruptura por flexão do corpo úmido (MPa), RFS a resistência mecânica à ruptura por flexão do corpo seco (MPa), RL a retração linear do corpo queimado (%), RFQ a resistência mecânica à ruptura por flexão do corpo queimado (MPa), AA a absorção de água (%) e ESC à escoabilidade da barbotina, utilizando-se do cupford. Os ensaios de flexão foram realizados no crômetro da empresa (de marca ÍCARO).

Os resultados acima são uma média de cinco ensaios para cada propriedade, exceto para a escoabilidade, feita uma única vez. Os ensaios para resistência mecânica a cru e a seco foram realizados para se obter valores apenas comparativos, pois o equipamento não fornece a precisão necessária para uma análise mais rigorosa.

Como a massa teste apresentou valores baixos para a resistência a úmido e elevada viscosidade, foi feita uma segunda formulação, desta vez utilizando-se a argila PR1, com excelente plasticidade e viscosidade mais baixa que a argila 58BL. O percentual escolhido foi de 13 % de argila PR1, percentual mínimo para haver uma boa compactação a nível industrial, segundo os técnicos da empresa. A composição da nova massa - MASSA TESTE II foi a seguinte : 37 % filito ITAPEVA, 11 % arenito A57AL, 18 % talco ITA124, 21 % argila 58BL e 13 % argila PR1.

Os corpos de prova foram queimados em forno de produção, sendo 5 para os ensaios de resistência mecânica à ruptura por flexão a úmido e a seco e 7 para resistência mecânica à ruptura por flexão do corpo queimado.

Tabela 27. Comparação entre MASSA TESTE II e MP77.

MASSAS	RFU	RFS	RL	RFQ	AA	ESC.
TESTE II	1,03	2,32	4,6	32,0	8,6	25
MP77	0,98	2,26	4,9	26,5	10,0	18

Percebe-se claramente que, com exceção da escoabilidade, todas as propriedades foram melhores para a MASSA TESTE II, demonstrando que as tendências apontadas pelos gráficos das funções sinal ruído para os percentuais de filito, talco e arenito estão corretas, apesar do uso de uma matéria prima não utilizada inicialmente nos experimentos, a argila 58BL.

Devido aos excelentes resultados obtidos em laboratório, foi decidido fazer uma "semi-industrial", ou seja, a produção da MASSA TESTE II em fábrica. Os resultados obtidos foram os constantes da tabela 28.

Tabela 28. Comparação entre MP89 e MP77 (produção de 150 peças da MP89 na fábrica).

MASSAS	RFU	RFS	RL	RFQ	AA
MP 77 I	0,74	1,73	6,2	29,8	7,1
MP 77 II	-	-	6,3	30,2	6,9
MP 89 I	0,57	1,86	5,6	30,6	7,1
MP 89 II	-	-	5,8	31,5	6,2
MP 89 III	-	-	6,0	-	5,3

A MASSA TESTE II foi denotada como MP89. No primeiro ensaio (MP77 I e MP89 I) foi obtida a mesma absorção de água para ambas, mas como a MP89 apresentou uma menor retração que a MP77, foi possível aumentar a temperatura do forno (MP77 II e MP89 II e III), obtendo-se finalmente o intervalo de absorção de água desejado (entre 3 % e 6 %, semi-grês). Apesar da MP89 ter uma resistência a úmido mais baixa que a MP77, não houve problemas na compactação - nenhuma peça esfoliou na prensa nem quebrou no secador ou no forno. Além disto, o custo em matéria prima por metro quadrado produzido da MP89 foi menor que o da MP77 - US \$ 0.37 para a MP89 contra US \$ 0.38 para a MP77 para as dimensões de 20x20 cmxcm. Assim, a massa MP89 enquadra-se na categoria semi-grês, grupo BIIa, com absorção de água entre 3 % e 6 %, resultando em um produto robusto.

A massa MP89 obtida seria deste modo a nova massa de partida para uma nova série de experimentos utilizando os arranjos ortogonais, com o fim de otimizá-la. Como o objetivo do trabalho é o da aplicação de uma metodologia diferente para formulação de massas cerâmicas, o trabalho foi encerrado, considerando-se os resultados obtidos satisfatórios. Uma nova matriz ortogonal, utilizando a massa MP89 como massa de partida, foi idealizada e entregue à empresa como sugestão para a melhoria do produto obtido.

CAPÍTULO 6

CONCLUSÕES E SUGESTÕES

- A utilização de grandes quantidades de talco (mais de 10 % em peso) em uma massa cerâmica para piso provoca deformações piropásticas devido aos compostos à base de cálcio, formador de uma fase vítrea de viscosidade muito baixa. Mas, como o talco que teve o melhor desempenho foi o ITA124, isento de compostos de cálcio, foi possível a utilização de talco em quantidades da ordem de 18 % em peso. Tal efeito é confirmado pela análise dos gráficos de sinal ruído, que apontam o talco ITA124 como o agente que resulta na melhor combinação de propriedades.
- Como resultado da maior quantidade de talco utilizada, comprovou-se a necessidade de maior quantidade de arenito na massa, o que era de se esperar, pois supõe-se que apenas pequena parte dos compostos em silício presentes no arenito atuam na formação de fase vítrea, permanecendo em sua maior parte como quartzo livre com grande coeficiente de expansão térmica, diminuindo a retração das peças, resultando em maior estabilidade dimensional. Este efeito pode ser observado nas tabelas da ANAVA para os arranjos ortogonais L_{18} e principalmente no L_9 , onde foi o fator de maior efeito.
- A argila mais indicada pela análise da razão SR foi a DL34, comprovando os resultados dos ensaios com as matérias primas, onde se destaca como a melhor argila para as propriedades analisadas. O grande problema que inviabiliza sua utilização industrialmente é a dificuldade de defloculação. Observando que a defloculação não foi analisada neste trabalho, os resultados obtidos são válidos.
- Os resultados da razão SR para filito indicaram como melhor combinação a utilização em quantidades iguais dos filitos LONGA VIDA e ITAPEVA. Uma análise dos diagramas de gresificação destes argilominerais mostra um comportamento semelhante para a absorção de água e para a resistência mecânica, e um comportamento ligeiramente mais adequado quanto à retração linear para o ITAPEVA. Supõe-se que a combinação dos filitos resulta em propriedades balanceadas, o que só poderia ser confirmado com uma análise mineralógica desta mistura de filitos para verificar as fases cristalinas presentes.
- A análise para as quantidades de filito e talco, em uma primeira etapa (arranjo ortogonal L_{18}) foram inconclusivas e posteriormente (arranjo ortogonal L_9) tiveram baixa confiabilidade. Possivelmente devido às condições de ensaio, pois ambos são formadores de fase líquida viscosa, altamente influenciada pela temperatura. Apesar disso, pelo experimento de comprovação, verifica-se uma melhoria das propriedades analisadas em relação a uma massa utilizada pela empresa, demonstrando a grande versatilidade do método para análise dos resultados.
- A utilização da argila 58BL em quantidades maiores que as indicadas no desenvolvimento do método (22 % para argila) justifica-se pelo seguinte : em uma massa cerâmica para piso utiliza-se em torno de 50 % de argila; como não se utiliza chamote para a produção de piso cerâmico por monoqueima, e como foram utilizadas as quantidades otimizadas dos outros componentes (filito, arenito e talco), o percentual relativo ao chamote foi transferido para a argila. Isto está de acordo com a metodologia, pois na etapa de Projeto por Tolerâncias é prevista a utilização de materiais considerados mais nobres. Esta premissa foi comprovada nos ensaios realizados com a massa MP89, classificada como semi-grês.
- O método baseia-se fundamentalmente nos conhecimentos de Engenharia. Assim, certas correções feitas até a obtenção da massa MP89 são também justificáveis.
- A massa MP89 não pode ser considerada como a massa final. Ao contrário, é uma massa de partida para uma nova série de experimentos utilizando os arranjos ortogonais. A otimização é um processo de melhoria constante.
- Deve haver precaução na inclusão de propriedades físicas como fatores na matriz ortogonal. O efeito da temperatura nos experimentos foi desprezível, apesar de uma variação de 20 °C na máxima temperatura de queima de uma massa cerâmica ser

considerável (observar os valores para a absorção de água para as massas nas tabelas de resultados - tabela 13). As propriedades físico-mecânicas são mais adequadas como características de qualidade para análise dos resultados.

- Enfim, o uso das Técnicas de Taguchi para a formulação de massas cerâmicas deve ser precedido de um cuidadoso estudo das variáveis envolvidas no processo, pois, como há um grande número destas na fabricação de uma massa cerâmica para pavimento, pode-se afirmar com certeza que haverá inúmeras interações entre as variáveis de processo, sendo aconselhável estudos preliminares para determinar-se quais são as interações mais importantes.
- As Técnicas de Taguchi são eficientes mas limitadas. Possibilitam o estudo de várias variáveis simultaneamente com um pequeno número de experimentos através da utilização das Matrizes Ortogonais, em comparação ao estudo de uma variável a cada vez. Permitem determinar a influência isolada de cada variável em estudo sobre o experimento global com o uso da Análise de Variância e das Razões Sinal Ruído. Através do Experimento de Comprovação verifica-se o sucesso ou não do experimento, permitindo uma tomada de decisões futuras.
- Apesar das críticas ao método de Taguchi quanto ao desperdício de tempo e falta de precisão (em alguns casos) com o uso das razões SR, ou quanto à suposta falta de aleatorização nos experimentos, verificou-se que com a escolha correta das variáveis a serem estudadas, a escolha do parâmetro mais adequado para representar a função do produto e um procedimento experimental cuidadoso, a experimentação utilizando a metodologia de Taguchi terá êxito.

SUGESTÕES

- Como o processo de fabricação de um piso cerâmico pode ser dividido em três etapas principais - preparação da massa, compactação e queima - seria mais adequado trabalhar com cada etapa separadamente, ou seja, construir uma matriz ortogonal independente para cada etapa. Assim, poder-se-ia analisar as propriedades específicas de cada etapa, aumentando a confiabilidade do desenvolvimento do produto como um todo. Matrizes ortogonais muito grandes, envolvendo uma infinidade de variáveis muito distintas podem resultar em dificuldade de análise e incorrer em erro muito grande. Além disso, surpresas como o problema de defloculação observado para a argila DL34 podem ser evitados.
- Seria interessante um estudo comparativo entre a metodologia de Taguchi e outras metodologias de Projeto Experimental, tais como o Projeto Fatorial (Factorial Design), para se determinar as limitações, precisão experimental, facilidade de aplicação e repetibilidade dos resultados obtidos. Assim, ter-se-ia um quadro mais completo das vantagens reais de utilização de tais métodos experimentais.

CRÍTICAS AO DESENVOLVIMENTO DO TRABALHO

- Possivelmente os resultados obtidos com relação aos experimentos utilizando arranjos ortogonais seriam melhores se fosse observado o seguinte : após a análise dos dados obtidos para o arranjo ortogonal L_{18} , verificou-se que determinados fatores representavam até 60 % da variação total do experimento; seria mais eficaz se na continuidade da aplicação do método - arranjo ortogonal L_9 - fossem utilizados tais fatores para a construção do arranjo ortogonal. Assim, a massa resultante obtida no experimento de comprovação para tal matriz ortogonal seria mais robusta que a obtida no presente trabalho, pois os fatores utilizados na matriz L_9 foram responsáveis por pequena parcela da variação total, demonstrando haver grande fonte de interação entre estes fatores, ou seja, não houve aditividade dos fatores.

- Os diagramas de gresificação para as matérias primas não plásticas mostraram grande dispersão de resultados, mesmo com os cuidados de se utilizar o mesmo procedimento, a mesma massa e a mesma pressão de compactação para todos os corpos de prova. Houve descuido com a verificação da densidade aparente, o que pode ter ocasionado parte da dispersão dos resultados, pois a maior fonte de dispersão - a falta de plasticidade destas matérias primas - já foi discutida.
- Os equipamentos utilizados não foram adequados, com falta de precisão na indicação dos resultados. Como exemplo, o forno gradiente utilizado (equipado com termopar de Pt-PtRh), apesar da boa precisão na leitura da máxima temperatura de ciclo, indicada por um mostrador digital, marcava as temperaturas dos demais corpos de prova através de registrador de penas, onde a menor divisão de escala era de 20 °C...

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Santos, P.S. Ciência e Tecnologia de Argilas. v 1 e 2. Ed. Edgard Blücher. São Paulo (1989).
2. Singer, S.S. Industrial Ceramics. Chapman and Hall Ltd. London (1963).
3. Esmalglass. Catálogo Técnico.
4. Norton, F.W. Introdução à Tecnologia Cerâmica. Ed. Edgard Blücher. São Paulo (1973).
5. Navarro, J.E.E.; Albaro, J.L.A. Fuster, M.M. Tecnologia Cerâmica. v 1 e 2. Instituto de Química Técnica. Universidad de Valencia (1981).
6. Rodrigues Neto, J.B. Caracterização e otimização do processo de moagem de uma massa cerâmica grês. Dissertação. Universidade Federal de Santa Catarina (1994).
7. Alipandri, G. Ceramurgia e Tecnologia Ceramica. v 1. ECIG (1975).
8. Benloch, A.E.; Albaro, J.L.A.; Navarro, J.E.E. Estudio de la compactación de soportes cerâmicos de pavimento y revestimiento : 2. Influencia de la presion y humedad de prensado. v 22, n 1, p 9-18. Boi. Soc. Esp. Ceram. Vidr. (1981)
9. Doménech, V.; Sánchez, E. et all. Assessing the plasticity of ceramic masses by determining indentation force. p 59-69. Qualicer 94. Castellon (Spain) (1994).
10. Benloch, A.E.; Albaro, J.L.A.; Navarro, J.E.E. El diagrama de gresificación en la fabricación de pavimentos de gres. v 84, p 209-220. Cerámica Información. (1981).
11. Phadke, M.S. Quality Engineering Using Robust Desig. Prentice Hall, New Jersey (1989).
12. Hendrix, C.D. Signal to noise ratios : a wasted effort. v 24, n 7, p 75-76. Quality Progress (1991).
13. Ali, S.W. Statistical process control for total quality. v 13, n 2, p 317-325. Johns Hopkins APL Technical Digest (1992).
14. Taguchi, G. System of Experimental Design. UNIPUB/Kraus International Publications, New York (1987).
15. Phillip, J.R. Aplicação das Técnicas de Taguchi na Engenharia de Qualidade. Makron Books, São Paulo (1991).